○厚生労働省告示第 285 号

薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 1 項の規定に基づき、日本薬局方（以下「新薬局方」という。）を次のように定め、平成 18 年 4 月 1 日から適用し、平成 13 年厚生労働省告示第 111 号（日本薬局方を定める件。以下「旧薬局方」という。）は、平成 18 年 3 月 31 日限り、廃止する。ただし、新薬局方に収められている医薬品（旧薬局方に収められていたものに限る。）であって同年 4 月 1 日において現に同法第 14 条第 1 項の規定による承認を受けているもの（平成 18 年 3 月 31 日において薬事法第 14 条第 1 項の規定に基づき製造販売の承認を要しないものとして厚生労働大臣の指定する医薬品等（平成 6 年厚生省告示第 104 号）により製造販売の承認を要しない医薬品として指定されている医薬品（以下「承認を要しない医薬品」という。）を含む。）については、平成 19 年 9 月 30 日までは、旧薬局方で定める名称及び基準（当該医薬品に関する部分に限る。）は新薬局方で定める名称及び基準とみなすことができるものとし、新薬局方に収められている医薬品（旧薬局方に収められていたものを除く。）であって平成 18 年 4 月 1 日において現に同法第 14 条第 1 項の規定による承認を受けている医薬品（承認を要しない医薬品を含む。）については、平成 19 年 9 月 30 日までは、新薬局方に収められていない医薬品とみなすことができるものとする。

平成 18 年 3 月 31 日

厚生労働大臣　　川 崎　二 郎

次の題名を付する。

日本薬局方

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

（なお、「次のよう」とは、「第十五改正日本薬局方 通則」から始まり、「参照赤外吸収スペクトル」（1569 頁）までをいう。）

目　　次

日本薬局方沿革略記 …… 1

まえがき …… 23

第十五改正日本薬局方

通　則 …… 3

生薬総則 …… 7

製剤総則 …… 9

一般試験法 …… 17

1. 化学的試験法 …… 17

1.01　アルコール数測定法 …… 17

1.02　アンモニウム試験法 …… 18

1.03　塩化物試験法 …… 19

1.04　炎色反応試験法 …… 19

1.05　鉱油試験法 …… 20

1.06　酸素フラスコ燃焼法 …… 20

1.07　重金属試験法 …… 21

1.08　窒素定量法（セミミクロケルダール法） …… 22

1.09　定性反応 …… 22

1.10　鉄試験法 …… 27

1.11　ヒ素試験法 …… 28

1.12　メタノール試験法 …… 29

1.13　油脂試験法 …… 29

1.14　硫酸塩試験法 …… 31

1.15　硫酸呈色物試験法 …… 31

2. 物理的試験法 …… 32

クロマトグラフィー …… 32

2.01　液体クロマトグラフィー …… 32

2.02　ガスクロマトグラフィー …… 33

2.03　薄層クロマトグラフィー …… 35

分光学的測定法 …… 35

2.21　核磁気共鳴スペクトル測定法 …… 35

2.22　蛍光光度法 …… 37

2.23　原子吸光光度法 …… 37

2.24　紫外可視吸光度測定法 …… 38

2.25　赤外吸収スペクトル測定法 …… 40

その他の物理的試験法 …… 41

2.41　乾燥減量試験法 …… 41

2.42　凝固点測定法 …… 41

2.43　強熱減量試験法 …… 42

2.44　強熱残分試験法 …… 42

2.45 屈折率測定法 …… 42
2.46 残留溶媒試験法 …… 42
2.47 浸透圧測定法（オスモル濃度測定法） …… 43
2.48 水分測定法（カールフィッシャー法） …… 44
2.49 旋光度測定法 …… 46
2.50 滴定終点検出法 …… 46
2.51 導電率測定法 …… 48
2.52 熱分析法 …… 49
2.53 粘度測定法 …… 50
2.54 pH 測定法 …… 53
2.55 ビタミン A 定量法 …… 54
2.56 比重及び密度測定法 …… 55
2.57 沸点測定法及び蒸留試験法 …… 57
2.58 粉末 X 線回折測定法 …… 57
2.59 有機体炭素試験法 …… 58
2.60 融点測定法 …… 59

3. 粉体物性測定法 …… 61
3.01 かさ密度及びタップ密度測定法 …… 61
3.02 比表面積測定法 …… 62
3.03 粉体の粒子密度測定法 …… 64
3.04 粒度測定法 …… 64

4. 生物学的試験法／生化学的試験法／微生物学的試験法 …… 70
4.01 エンドトキシン試験法 …… 70
4.02 抗生物質の微生物学的力価試験法 …… 73
4.03 消化力試験法 …… 76
4.04 発熱性物質試験法 …… 79
4.05 微生物限度試験法 …… 79
4.06 無菌試験法 …… 85

5. 生薬試験法 …… 88
5.01 生薬試験法 …… 88
5.02 生薬の微生物限度試験法 …… 91

6. 製剤試験法 …… 97
6.01 眼軟膏剤の金属性異物試験法 …… 97
6.02 製剤均一性試験法 …… 97
6.03 製剤の粒度の試験法 …… 99
6.04 制酸力試験法 …… 99
6.05 注射剤の採取容量試験法 …… 100
6.06 注射剤の不溶性異物検査法 …… 101
6.07 注射剤の不溶性微粒子試験法 …… 101
6.08 点眼剤の不溶性微粒子試験法 …… 103
6.09 崩壊試験法 …… 104
6.10 溶出試験法 …… 105

7. 容器・包装材料試験法 …… 109
7.01 注射剤用ガラス容器試験法 …… 109
7.02 プラスチック製医薬品容器試験法 …… 110

7.03　輸液用ゴム栓試験法…… 115
8. その他…… 117
8.01　滅菌法及び無菌操作法並びに超ろ過法 …… 117
9. 標準品，標準液，試薬・試液，計量器・用器等 …… 117
標準品 …… 117
9.01　標準品 …… 117
標準液 …… 122
9.21　容量分析用標準液 …… 122
9.22　標準液 …… 133
9.23　色の比較液 …… 134
試薬・試液等…… 135
9.41　試薬・試液 …… 135
9.42　クロマトグラフィー用担体／充てん剤 …… 245
9.43　ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，るつぼ等…… 248
9.44　標準粒子等 …… 248
計量器・用器，温度計等 …… 249
9.61　波長及び透過率校正用光学フィルター …… 249
9.62　計量器・用器 …… 249
9.63　温度計 …… 251
医薬品各条 …… 253
生薬等…… 1173
参照紫外可視吸収スペクトル…… 1285
参照赤外吸収スペクトル…… 1423
参考情報
1. アミノ酸分析法 …… 1573
2. アリストロキア酸について …… 1579
3. 胃腸薬の pH 試験法 …… 1579
4. 遺伝子解析による微生物の迅速同定法 …… 1580
5. 医薬品の残留溶媒ガイドライン，残留溶媒試験法及び医薬品各条記載例 …… 1581
6. SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法 …… 1583
7. エンドトキシン規格値の設定 …… 1587
8. キャピラリー電気泳動法 …… 1587
9. 固体又は粉体の密度…… 1592
10. 最終滅菌医薬品の無菌性保証 …… 1593
11. 最終滅菌法及び滅菌指標体 …… 1596
12. 錠剤の摩損度試験法…… 1598
13. 製薬用水の品質管理…… 1599
14. 第十五改正日本薬局方における国際調和…… 1602
15. たん白質定量法 …… 1617
16. 中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法 …… 1620
17. 等電点電気泳動法…… 1621
18. 日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件 …… 1623
19. 日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源としての動物に求められる要件 …… 1636
20. バイオテクノロジー応用医薬品／生物起源由来医薬品の製造に用いる細胞基材に対する
マイコプラズマ否定試験 …… 1638

21. 培地充てん試験法…… *1641*
22. 微生物殺滅法 …… *1644*
23. 非無菌医薬品の微生物学的品質特性 …… *1645*
24. プラスチック製医薬品容器 …… *1646*
25. 分析法バリデーション …… *1647*
26. 粉体の流動性 …… *1650*
27. ペプチドマップ法…… *1652*
28. 保存効力試験法 …… *1655*
29. 無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法…… *1657*
30. レーザー回折法による粉体粒度測定 …… *1661*

附　録

原子量表（2004）について …… *1667*
原子量表（2004） …… *1668*
安定同位体のない元素…… *1669*
Standard Atomic Weights 2004 …… *1670*

索　引

日本名索引 …… *1673*
英名索引 …… *1725*
ラテン名索引 …… *1739*

第十五改正日本薬局方
医薬品各条目次

ア

亜鉛華デンプン …… 253
亜鉛華軟膏 …… 253
アクチノマイシン D …… 253
アクラルビシン塩酸塩 …… 254
アクリノール水和物 …… 255
アクリノール・亜鉛華軟膏 …… 256
アクリノール・チンク油 …… 256
複方アクリノール・チンク油 …… 257
アザチオプリン …… 257
アザチオプリン錠 …… 258
亜酸化窒素 …… 259
アジスロマイシン水和物 …… 260
アジマリン …… 261
アジマリン錠 …… 261
亜硝酸アミル …… 262
アスコルビン酸 …… 262
アスコルビン酸散 …… 263
アスコルビン酸注射液 …… 263
アズトレオナム …… 264
アストロマイシン硫酸塩 …… 265
L-アスパラギン酸 …… 266
アスピリン …… 267
アスピリン錠 …… 268
アスピリンアルミニウム …… 268
アスポキシシリン水和物 …… 269
アセグルタミドアルミニウム …… 270
アセタゾラミド …… 271
注射用アセチルコリン塩化物 …… 272
アセトアミノフェン …… 273
アセトヘキサミド …… 273
アセブトロール塩酸塩 …… 275
アテノロール …… 276
アドレナリン …… 276
アドレナリン液 …… 277
アドレナリン注射液 …… 277
アトロピン硫酸塩水和物 …… 278
アトロピン硫酸塩注射液 …… 279
亜ヒ酸パスタ …… 280
アフロクアロン …… 280
アヘン末 …… 281
アヘン散 …… 282
アヘンチンキ …… 282
アヘンアルカロイド塩酸塩 …… 282
アヘンアルカロイド塩酸塩注射液 …… 283
アヘンアルカロイド・アトロピン注射液 …… 283
アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液 …… 285
弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液 …… 286
アマンタジン塩酸塩 …… 287
アミカシン硫酸塩 …… 288
アミドトリゾ酸 …… 289
アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液 …… 290
アミドトリゾ酸メグルミン注射液 …… 291
アミトリプチリン塩酸塩 …… 292
アミトリプチリン塩酸塩錠 …… 292
アミノ安息香酸エチル …… 293
アミノフィリン水和物 …… 293
アミノフィリン注射液 …… 294
アムホテリシン B …… 295
アムホテリシン B 錠 …… 296
アムホテリシン B シロップ …… 296
注射用アムホテリシン B …… 296
アモキサピン …… 297
アモキシシリン水和物 …… 297
アモバルビタール …… 298
注射用アモバルビタールナトリウム …… 299
アラセプリル …… 300
アラセプリル錠 …… 301
アリメマジン酒石酸塩 …… 302
亜硫酸水素ナトリウム …… 302
乾燥亜硫酸ナトリウム …… 303
L-アルギニン …… 303
L-アルギニン塩酸塩 …… 304
L-アルギニン塩酸塩注射液 …… 305
アルジオキサ …… 305
アルプラゾラム …… 306
アルプレノロール塩酸塩 …… 307
アルプロスタジル …… 307
アルプロスタジル　アルファデクス …… 308
アルベカシン硫酸塩 …… 310
アルベカシン硫酸塩注射液 …… 311
アロチノロール塩酸塩 …… 311
アロプリノール …… 312
安息香酸 …… 313
安息香酸ナトリウム …… 313
安息香酸ナトリウムカフェイン …… 314
安息香酸ベンジル …… 315
アンチピリン …… 316
歯科用アンチホルミン …… 316
無水アンピシリン …… 316
アンピシリン水和物 …… 317
アンピシリンナトリウム …… 319
アンベノニウム塩化物 …… 320
アンモニア水 …… 320

イ

イオウ …… 321
イオウ・カンフルローション …… 321
イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏 …… 322
イオタラム酸 …… 322
イオタラム酸ナトリウム注射液 …… 323
イオタラム酸メグルミン注射液 …… 324
イオトロクス酸 …… 325
イオパミドール …… 325
イクタモール …… 327
イコサペント酸エチル …… 327
イセパマイシン硫酸塩 …… 329
イソソルビド …… 330
イソニアジド …… 331
イソニアジド錠 …… 331
イソニアジド注射液 …… 332
イソフェンインスリン水性懸濁注射液 …… 332
イソフルラン …… 333
l–イソプレナリン塩酸塩 …… 335
イソプロパノール …… 335
イソプロピルアンチピリン …… 336
L–イソロイシン …… 336
イダルビシン塩酸塩 …… 337
注射用イダルビシン塩酸塩 …… 338
イドクスウリジン …… 338
イドクスウリジン点眼液 …… 339
イフェンプロジル酒石酸塩 …… 340
イブプロフェン …… 341
イプラトロピウム臭化物水和物 …… 341
イミプラミン塩酸塩 …… 342
イミプラミン塩酸塩錠 …… 343
イミペネム水和物 …… 344
注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム …… 345
インジゴカルミン …… 346
インジゴカルミン注射液 …… 346
インスリン …… 347
インスリン注射液 …… 348
インスリン亜鉛水性懸濁注射液 …… 349
結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液 …… 350
無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液 …… 351
インデノロール塩酸塩 …… 352
インドメタシン …… 353
インドメタシンカプセル …… 353
インドメタシン坐剤 …… 354
インフルエンザ HA ワクチン …… 355

ウ

ウラピジル …… 355
ウリナスタチン …… 355
ウルソデオキシコール酸 …… 357
ウロキナーゼ …… 358

エ

エコチオパートヨウ化物 …… 359
エスタゾラム …… 360
エストラジオール安息香酸エステル …… 361
エストラジオール安息香酸エステル注射液 …… 362
エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液 …… 362
エストリオール …… 363
エストリオール錠 …… 363
エストリオール水性懸濁注射液 …… 364
エタクリン酸 …… 365
エタクリン酸錠 …… 365
エタノール …… 366
無水エタノール …… 367
消毒用エタノール …… 368
エタンブトール塩酸塩 …… 368
エチオナミド …… 369
エチゾラム …… 369
エチドロン酸二ナトリウム …… 370
エチドロン酸二ナトリウム錠 …… 371
エチニルエストラジオール …… 372
エチニルエストラジオール錠 …… 372
L–エチルシステイン塩酸塩 …… 373
エチルモルヒネ塩酸塩水和物 …… 374
エチレフリン塩酸塩 …… 375
エチレフリン塩酸塩錠 …… 375
エチレンジアミン …… 376
エデト酸ナトリウム水和物 …… 376
エーテル …… 377
麻酔用エーテル …… 377
エテンザミド …… 378
エトスクシミド …… 379
エトドラク …… 379
エトポシド …… 380
エドロホニウム塩化物 …… 381
エドロホニウム塩化物注射液 …… 382
エノキサシン水和物 …… 382
エピリゾール …… 383
エピルビシン塩酸塩 …… 384
エフェドリン塩酸塩 …… 385
エフェドリン塩酸塩散 10％ …… 386
エフェドリン塩酸塩錠 …… 386
エフェドリン塩酸塩注射液 …… 387
エペリゾン塩酸塩 …… 387
エリスロマイシン …… 388
エリスロマイシンエチルコハク酸エステル …… 389
エリスロマイシンステアリン酸塩 …… 390
エリスロマイシンラクトビオン酸塩 …… 391
エルカトニン …… 391
エルゴカルシフェロール …… 394
エルゴタミン酒石酸塩 …… 395

エルゴメトリンマレイン酸塩 …… 396
エルゴメトリンマレイン酸塩錠 …… 396
エルゴメトリンマレイン酸塩注射液 …… 397
塩化亜鉛 …… 398
塩化インジウム（^{111}In）注射液 …… 398
塩化カリウム …… 398
塩化カルシウム水和物 …… 399
塩化カルシウム注射液 …… 399
塩化タリウム（^{201}Tl）注射液 …… 399
塩化ナトリウム …… 400
10％ 塩化ナトリウム注射液 …… 401
塩酸 …… 401
希塩酸 …… 401
塩酸リモナーデ …… 402
エンビオマイシン硫酸塩 …… 402
エンフルラン …… 403

オ

オキサゾラム …… 404
オキサピウムヨウ化物 …… 405
オキサプロジン …… 406
オキシコドン塩酸塩水和物 …… 406
複方オキシコドン注射液 …… 407
複方オキシコドン・アトロピン注射液 …… 408
オキシテトラサイクリン塩酸塩 …… 409
オキシトシン …… 410
オキシトシン注射液 …… 413
オキシドール …… 413
オキシブプロカイン塩酸塩 …… 414
オキシメトロン …… 414
オキセサゼイン …… 415
オクスプレノロール塩酸塩 …… 416
乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン …… 416
オフロキサシン …… 416
オリブ油 …… 417
オルシプレナリン硫酸塩 …… 418
オレンジ油 …… 418

カ

カイニン酸水和物 …… 419
カイニン酸・サントニン散 …… 419
カオリン …… 420
カカオ脂 …… 420
ガスえそウマ抗毒素 …… 421
過テクネチウム酸ナトリウム（^{99m}Tc）注射液 …… 421
果糖 …… 421
果糖注射液 …… 422
カナマイシン一硫酸塩 …… 422
カナマイシン硫酸塩 …… 423
無水カフェイン …… 424
カフェイン水和物 …… 425
カプセル …… 425
カプトプリル …… 426
ガベキサートメシル酸塩 …… 426
過マンガン酸カリウム …… 427
カモスタットメシル酸塩 …… 428
β−ガラクトシダーゼ（アスペルギルス） …… 429
β−ガラクトシダーゼ（ペニシリウム） …… 429
カリジノゲナーゼ …… 430
カリ石ケン …… 433
カルテオロール塩酸塩 …… 433
カルナウバロウ …… 433
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物 …… 434
カルバマゼピン …… 435
カルビドパ水和物 …… 435
L−カルボシステイン …… 436
カルメロース …… 437
カルメロースカルシウム …… 438
カルメロースナトリウム …… 438
カルモナムナトリウム …… 439
カルモフール …… 441
含糖ペプシン …… 441
d−カンフル …… 442
dl−カンフル …… 443
肝油 …… 443
カンレノ酸カリウム …… 444

キ

キシリトール …… 444
キシリトール注射液 …… 445
キタサマイシン …… 446
キタサマイシン酢酸エステル …… 447
キタサマイシン酒石酸塩 …… 448
キニジン硫酸塩水和物 …… 449
キニーネエチル炭酸エステル …… 450
キニーネ塩酸塩水和物 …… 451
キニーネ硫酸塩水和物 …… 452
牛脂 …… 452
乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン …… 453
金チオリンゴ酸ナトリウム …… 453

ク

グアイフェネシン …… 454
グアナベンズ酢酸塩 …… 455
グアネチジン硫酸塩 …… 455
グアヤコールスルホン酸カリウム …… 456
無水クエン酸 …… 457
クエン酸水和物 …… 457
クエン酸ガリウム（^{67}Ga）注射液 …… 458
クエン酸ナトリウム水和物 …… 458
診断用クエン酸ナトリウム液 …… 459
輸血用クエン酸ナトリウム注射液 …… 459

クラブラン酸カリウム …… 459
グラミシジン …… 460
クラリスロマイシン …… 461
クラリスロマイシン錠 …… 462
グリシン …… 464
グリセオフルビン …… 464
グリセリン …… 465
濃グリセリン …… 466
グリセリンカリ液 …… 467
クリノフィブラート …… 467
グリベンクラミド …… 468
クリンダマイシン塩酸塩 …… 469
クリンダマイシン塩酸塩カプセル …… 469
クリンダマイシンリン酸エステル …… 470
グルコン酸カルシウム水和物 …… 471
グルタチオン …… 472
クレオソート …… 473
クレゾール …… 473
クレゾール水 …… 473
クレゾール石ケン液 …… 474
クレマスチンフマル酸塩 …… 474
クロカプラミン塩酸塩水和物 …… 475
クロキサシリンナトリウム水和物 …… 476
クロキサゾラム …… 477
クロコナゾール塩酸塩 …… 478
クロスカルメロースナトリウム …… 478
クロチアゼパム …… 480
クロトリマゾール …… 480
クロナゼパム …… 481
クロニジン塩酸塩 …… 482
クロフィブラート …… 483
クロフィブラートカプセル …… 483
クロフェダノール塩酸塩 …… 484
クロペラスチン塩酸塩 …… 485
クロミフェンクエン酸塩 …… 486
クロミフェンクエン酸塩錠 …… 486
クロミプラミン塩酸塩 …… 487
クロム酸ナトリウム（^{51}Cr）注射液 …… 488
クロモグリク酸ナトリウム …… 488
クロラムフェニコール …… 488
クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム …… 489
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル …… 490
クロルジアゼポキシド …… 491
クロルジアゼポキシド散 …… 492
クロルジアゼポキシド錠 …… 492
クロルフェニラミンマレイン酸塩 …… 493
クロルフェニラミンマレイン酸塩散 …… 494
クロルフェニラミンマレイン酸塩錠 …… 495
クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液 …… 496
クロルフェニラミン・カルシウム散 …… 496
d−クロルフェニラミンマレイン酸塩 …… 497
クロルフェネシンカルバミン酸エステル …… 498
クロルプロパミド …… 499
クロルプロパミド錠 …… 500
クロルプロマジン塩酸塩 …… 501
クロルプロマジン塩酸塩錠 …… 501
クロルプロマジン塩酸塩注射液 …… 502
クロルヘキシジン塩酸塩 …… 503
クロルヘキシジングルコン酸塩液 …… 503
クロルマジノン酢酸エステル …… 504
クロロブタノール …… 505

ケ

軽質無水ケイ酸 …… 505
合成ケイ酸アルミニウム …… 506
天然ケイ酸アルミニウム …… 507
ケイ酸マグネシウム …… 508
ケタミン塩酸塩 …… 509
ケトチフェンフマル酸塩 …… 509
ケトプロフェン …… 510
ケノデオキシコール酸 …… 511
ゲンタマイシン硫酸塩 …… 512

コ

硬化油 …… 513
乾燥甲状腺 …… 513
乾燥酵母 …… 514
コカイン塩酸塩 …… 515
コデインリン酸塩水和物 …… 515
コデインリン酸塩散 1％ …… 516
コデインリン酸塩散 10％ …… 517
コデインリン酸塩錠 …… 517
ゴナドレリン酢酸塩 …… 518
ゴマ油 …… 519
コムギデンプン …… 520
コリスチン硫酸塩 …… 521
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム …… 522
コルチゾン酢酸エステル …… 522
コルヒチン …… 524
コレカルシフェロール …… 525
コレステロール …… 526
コレラワクチン …… 526

サ

サイクロセリン …… 526
酢酸 …… 527
氷酢酸 …… 527
酢酸ナトリウム水和物 …… 528
サッカリン …… 528
サッカリンナトリウム水和物 …… 529
サラシ粉 …… 530
サラゾスルファピリジン …… 530
サリチル酸 …… 531

サリチル酸精 …… 532
複方サリチル酸精 …… 532
サリチル酸絆創膏 …… 533
サリチル・ミョウバン散 …… 533
サリチル酸ナトリウム …… 534
サリチル酸メチル …… 534
複方サリチル酸メチル精 …… 535
ザルトプロフェン …… 535
ザルトプロフェン錠 …… 536
サルブタモール硫酸塩 …… 537
酸化亜鉛 …… 538
酸化カルシウム …… 538
酸化チタン …… 539
酸化マグネシウム …… 539
三酸化ヒ素 …… 541
酸素 …… 541
サントニン …… 542

シ

ジアスターゼ …… 543
ジアスターゼ・重曹散 …… 543
複方ジアスターゼ・重曹散 …… 543
ジアゼパム …… 543
シアナミド …… 544
シアノコバラミン …… 545
シアノコバラミン注射液 …… 545
ジエチルカルバマジンクエン酸塩 …… 546
ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠 …… 546
ジギトキシン …… 547
ジギトキシン錠 …… 548
シクラシリン …… 549
ジクロキサシリンナトリウム水和物 …… 550
シクロスポリン …… 550
ジクロフェナクナトリウム …… 551
ジクロフェナミド …… 552
ジクロフェナミド錠 …… 553
シクロペントラート塩酸塩 …… 554
シクロホスファミド水和物 …… 554
ジゴキシン …… 555
ジゴキシン錠 …… 556
ジゴキシン注射液 …… 557
次硝酸ビスマス …… 558
ジスチグミン臭化物 …… 559
ジスチグミン臭化物錠 …… 559
シスプラチン …… 560
ジスルフィラム …… 560
ジソピラミド …… 561
シソマイシン硫酸塩 …… 562
シタラビン …… 563
シッカニン …… 564
ジドロゲステロン …… 564
ジドロゲステロン錠 …… 565
ジノスタチン　スチマラマー …… 566
ジノプロスト …… 567
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩 …… 568
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩 …… 569
ジヒドロコデインリン酸塩 …… 570
ジヒドロコデインリン酸塩散 1％ …… 571
ジヒドロコデインリン酸塩散 10％ …… 572
ジピリダモール …… 572
ジフェニドール塩酸塩 …… 573
ジフェンヒドラミン …… 574
ジフェンヒドラミン塩酸塩 …… 574
ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散 …… 575
ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント … 575
ジブカイン塩酸塩 …… 576
乾燥ジフテリアウマ抗毒素 …… 576
ジフテリアトキソイド …… 576
成人用沈降ジフテリアトキソイド …… 576
ジフテリア破傷風混合トキソイド …… 577
沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド …… 577
シプロヘプタジン塩酸塩水和物 …… 577
ジベカシン硫酸塩 …… 578
シメチジン …… 578
ジメモルファンリン酸塩 …… 579
ジメルカプロール …… 580
ジメルカプロール注射液 …… 580
ジメンヒドリナート …… 580
ジメンヒドリナート錠 …… 581
次没食子酸ビスマス …… 582
ジモルホラミン …… 582
ジモルホラミン注射液 …… 583
臭化カリウム …… 584
臭化ナトリウム …… 584
酒石酸 …… 585
硝酸銀 …… 585
硝酸銀点眼液 …… 585
硝酸イソソルビド …… 586
硝酸イソソルビド錠 …… 586
ジョサマイシン …… 587
ジョサマイシンプロピオン酸エステル …… 588
シラスタチンナトリウム …… 589
ジラゼプ塩酸塩水和物 …… 591
ジルチアゼム塩酸塩 …… 591
シロスタゾール …… 593
シロスタゾール錠 …… 594

ス

常水 …… 595
精製水 …… 595
滅菌精製水 …… 595
注射用水 …… 596
乾燥水酸化アルミニウムゲル …… 597
乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒 …… 597

水酸化カリウム …… 597
水酸化カルシウム …… 598
水酸化ナトリウム …… 598
スキサメトニウム塩化物水和物 …… 599
スキサメトニウム塩化物注射液 …… 600
注射用スキサメトニウム塩化物 …… 600
スクラルファート水和物 …… 600
スコポラミン臭化水素酸塩水和物 …… 602
ステアリルアルコール …… 602
ステアリン酸 …… 603
ステアリン酸カルシウム …… 603
ステアリン酸マグネシウム …… 604
ステアリン酸ポリオキシル 40 …… 605
ストレプトマイシン硫酸塩 …… 605
スピラマイシン酢酸エステル …… 606
スピロノラクトン …… 607
スペクチノマイシン塩酸塩水和物 …… 608
スルタミシリントシル酸塩水和物 …… 609
スルチアム …… 610
スルバクタムナトリウム …… 611
スルピリド …… 612
スルピリドカプセル …… 613
スルピリド錠 …… 613
スルピリン水和物 …… 614
スルピリン注射液 …… 614
スルファジアジン銀 …… 615
スルファメチゾール …… 616
スルファメトキサゾール …… 616
スルファモノメトキシン水和物 …… 617
スルフイソキサゾール …… 618
スルフィンピラゾン …… 618
スルフィンピラゾン錠 …… 619
スルベニシリンナトリウム …… 619
スルホブロモフタレインナトリウム …… 620
スルホブロモフタレインナトリウム注射液 …… 621

セ

血清性性腺刺激ホルモン …… 621
注射用血清性性腺刺激ホルモン …… 623
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン …… 623
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン …… 625
注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン …… 626
生理食塩液 …… 626
石油ベンジン …… 627
セタノール …… 627
セトラキサート塩酸塩 …… 627
セファクロル …… 629
セファクロルカプセル …… 630
セファクロル複合顆粒 …… 631
セファクロル細粒 …… 633
セファゾリンナトリウム …… 634
セファゾリンナトリウム水和物 …… 635
セファトリジンプロピレングリコール …… 636
セファドロキシル …… 637
セファピリンナトリウム …… 638
セファレキシン …… 639
セファロチンナトリウム …… 640
セフィキシム …… 642
セフェピム塩酸塩水和物 …… 643
注射用セフェピム塩酸塩 …… 644
セフォジジムナトリウム …… 645
セフォゾプラン塩酸塩 …… 647
注射用セフォゾプラン塩酸塩 …… 648
セフォタキシムナトリウム …… 648
セフォチアム塩酸塩 …… 649
注射用セフォチアム塩酸塩 …… 650
セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩 …… 651
セフォテタン …… 653
セフォペラゾンナトリウム …… 655
セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物 …… 656
セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒 …… 658
セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠 …… 658
セフジトレン　ピボキシル …… 659
セフジトレン　ピボキシル細粒 …… 660
セフジトレン　ピボキシル錠 …… 661
セフジニル …… 662
セフジニルカプセル …… 663
セフジニル細粒 …… 664
セフスロジンナトリウム …… 665
セフタジジム水和物 …… 666
セフチゾキシムナトリウム …… 668
セフチブテン水和物 …… 669
セフテラム　ピボキシル …… 670
セフテラム　ピボキシル細粒 …… 671
セフトリアキソンナトリウム水和物 …… 672
セフピラミドナトリウム …… 674
セフピロム硫酸塩 …… 676
セフブペラゾンナトリウム …… 677
セフポドキシム　プロキセチル …… 678
セフミノクスナトリウム水和物 …… 679
セフメタゾールナトリウム …… 680
セフメノキシム塩酸塩 …… 681
セフロキサジン水和物 …… 683
セフロキシム　アキセチル …… 684
セフロキシムナトリウム …… 686
セラセフェート …… 687
ゼラチン …… 688
精製ゼラチン …… 688
精製セラック …… 689
白色セラック …… 689
セラペプターゼ …… 690
セルモロイキン（遺伝子組換え） …… 691
結晶セルロース …… 694
粉末セルロース …… 697

ソ

ソルビタンセスキオレイン酸エステル …… 698
D-ソルビトール …… 698
D-ソルビトール液 …… 699

タ

ダイズ油 …… 700
ダウノルビシン塩酸塩 …… 700
タウリン …… 701
タムスロシン塩酸塩 …… 701
タランピシリン塩酸塩 …… 702
タルク …… 703
炭酸カリウム …… 704
沈降炭酸カルシウム …… 704
炭酸水素ナトリウム …… 705
炭酸水素ナトリウム注射液 …… 705
乾燥炭酸ナトリウム …… 705
炭酸ナトリウム水和物 …… 706
炭酸マグネシウム …… 706
炭酸リチウム …… 707
単シロップ …… 708
ダントロレンナトリウム水和物 …… 709
単軟膏 …… 710
タンニン酸 …… 710
タンニン酸アルブミン …… 710
タンニン酸ジフェンヒドラミン …… 710
タンニン酸ベルベリン …… 711

チ

チアマゾール …… 712
チアマゾール錠 …… 712
チアミラールナトリウム …… 713
注射用チアミラールナトリウム …… 714
チアミン塩化物塩酸塩 …… 714
チアミン塩化物塩酸塩散 …… 716
チアミン塩化物塩酸塩注射液 …… 716
チアミン硝化物 …… 716
チアラミド塩酸塩 …… 717
チアラミド塩酸塩錠 …… 718
チアントール …… 719
複方チアントール・サリチル酸液 …… 719
チオテパ …… 720
チオペンタールナトリウム …… 721
注射用チオペンタールナトリウム …… 722
チオリダジン塩酸塩 …… 722
チオ硫酸ナトリウム水和物 …… 723
チオ硫酸ナトリウム注射液 …… 723
チクロピジン塩酸塩 …… 723
チザニジン塩酸塩 …… 724
窒素 …… 725
チニダゾール …… 726
チペピジンヒベンズ酸塩 …… 726
チペピジンヒベンズ酸塩錠 …… 727
チメピジウム臭化物水和物 …… 728
チモール …… 729
チモロールマレイン酸塩 …… 729
チンク油 …… 730

ツ

ツバキ油 …… 731
ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物 …… 731
ツボクラリン塩化物塩酸塩注射液 …… 732
ツロブテロール塩酸塩 …… 732

テ

テイコプラニン …… 733
テオフィリン …… 735
テガフール …… 736
デキサメタゾン …… 737
デキストラン 40 …… 738
デキストラン 40 注射液 …… 739
デキストラン 70 …… 739
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ 5 …… 740
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ 18 …… 741
デキストリン …… 741
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物 …… 742
テストステロンエナント酸エステル …… 743
テストステロンエナント酸エステル注射液 …… 743
テストステロンプロピオン酸エステル …… 744
テストステロンプロピオン酸エステル注射液 …… 744
デスラノシド …… 745
デスラノシド注射液 …… 746
テセロイキン（遺伝子組換え） …… 746
注射用テセロイキン（遺伝子組換え） …… 752
テトラカイン塩酸塩 …… 753
テトラサイクリン塩酸塩 …… 753
デヒドロコール酸 …… 754
精製デヒドロコール酸 …… 755
デヒドロコール酸注射液 …… 755
デフェロキサミンメシル酸塩 …… 756
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩 …… 757
テルブタリン硫酸塩 …… 758
テレビン油 …… 759

ト

乾燥痘そうワクチン …… 759
乾燥細胞培養痘そうワクチン …… 759
トウモロコシデンプン …… 760
トウモロコシ油 …… 760

ドキサプラム塩酸塩水和物 …… 761
ドキシサイクリン塩酸塩水和物 …… 761
ドキシフルリジン …… 763
ドキシフルリジンカプセル …… 764
ドキソルビシン塩酸塩 …… 765
トコフェロール …… 766
トコフェロールコハク酸エステルカルシウム …… 766
トコフェロール酢酸エステル …… 768
トコフェロールニコチン酸エステル …… 769
トドララジン塩酸塩水和物 …… 770
ドパミン塩酸塩 …… 771
ドパミン塩酸塩注射液 …… 771
トフィソパム …… 772
ドブタミン塩酸塩 …… 772
トブラマイシン …… 773
トラザミド …… 774
トラネキサム酸 …… 775
トラネキサム酸カプセル …… 776
トラネキサム酸錠 …… 777
トラネキサム酸注射液 …… 777
トラピジル …… 778
トリアムシノロン …… 779
トリアムシノロンアセトニド …… 779
トリアムテレン …… 780
歯科用トリオジンクパスタ …… 781
トリクロホスナトリウム …… 781
トリクロホスナトリウムシロップ …… 782
トリクロルメチアジド …… 783
トリクロルメチアジド錠 …… 784
トリコマイシン …… 786
L-トリプトファン …… 787
トリヘキシフェニジル塩酸塩 …… 788
トリヘキシフェニジル塩酸塩錠 …… 788
トリメタジオン …… 789
トリメタジオン錠 …… 790
トリメタジジン塩酸塩 …… 790
トリメタジジン塩酸塩錠 …… 791
トリメトキノール塩酸塩水和物 …… 792
トリメブチンマレイン酸塩 …… 793
トルナフタート …… 794
トルナフタート液 …… 794
トルブタミド …… 795
トルブタミド錠 …… 795
トルペリゾン塩酸塩 …… 796
L-トレオニン …… 797
トレピブトン …… 797
トロピカミド …… 798
ドロペリドール …… 799
トロンビン …… 799
豚脂 …… 800

ナ

ナイスタチン …… 800
ナタネ油 …… 801
ナドロール …… 801
ナファゾリン塩酸塩 …… 802
ナファゾリン硝酸塩 …… 802
ナファゾリン・クロルフェニラミン液 …… 803
ナプロキセン …… 804
ナリジクス酸 …… 804
ナロキソン塩酸塩 …… 805
吸水軟膏 …… 806
親水軟膏 …… 806
白色軟膏 …… 806

ニ

ニカルジピン塩酸塩 …… 807
ニカルジピン塩酸塩注射液 …… 807
ニコチン酸 …… 808
ニコチン酸注射液 …… 809
ニコチン酸アミド …… 809
ニコモール …… 810
ニコモール錠 …… 811
ニコランジル …… 811
二酸化炭素 …… 812
ニセリトロール …… 813
ニセルゴリン …… 814
ニセルゴリン散 …… 815
ニセルゴリン錠 …… 816
ニトラゼパム …… 817
ニトレンジピン …… 818
ニトレンジピン錠 …… 819
ニトログリセリン錠 …… 820
ニフェジピン …… 821
日本脳炎ワクチン …… 822
乾燥日本脳炎ワクチン …… 822
乳酸 …… 822
乳酸カルシウム水和物 …… 823
無水乳糖 …… 823
乳糖水和物 …… 824
尿素 …… 825
ニルバジピン …… 825
ニルバジピン錠 …… 826

ネ

ネオスチグミンメチル硫酸塩 …… 827
ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液 …… 828
ネチルマイシン硫酸塩 …… 829

ノ

ノスカピン …… 830
ノスカピン塩酸塩水和物 …… 830
ノルアドレナリン …… 831
ノルアドレナリン注射液 …… 831
ノルエチステロン …… 832
ノルゲストレル …… 833
ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠 …… 833
ノルトリプチリン塩酸塩 …… 835
ノルフロキサシン …… 835

ハ

バカンピシリン塩酸塩 …… 836
白糖 …… 837
精製白糖 …… 838
バクロフェン …… 839
バクロフェン錠 …… 840
バシトラシン …… 841
乾燥破傷風ウマ抗毒素 …… 841
沈降破傷風トキソイド …… 842
バソプレシン注射液 …… 842
パニペネム …… 843
パパベリン塩酸塩 …… 845
パパベリン塩酸塩注射液 …… 846
乾燥はぶウマ抗毒素 …… 846
沈降はぶトキソイド …… 846
バメタン硫酸塩 …… 846
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物 …… 847
パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒 …… 848
パラオキシ安息香酸エチル …… 848
パラオキシ安息香酸ブチル …… 849
パラオキシ安息香酸プロピル …… 849
パラオキシ安息香酸メチル …… 850
パラフィン …… 850
流動パラフィン …… 851
軽質流動パラフィン …… 852
パラホルムアルデヒド …… 852
歯科用パラホルムパスタ …… 853
L-バリン …… 853
パルナパリンナトリウム …… 854
バルビタール …… 856
バルプロ酸ナトリウム …… 856
バレイショデンプン …… 857
ハロキサゾラム …… 858
ハロタン …… 859
ハロペリドール …… 860
ハロペリドール錠 …… 861
パンクレアチン …… 862
パンクロニウム臭化物 …… 863
バンコマイシン塩酸塩 …… 863
注射用バンコマイシン塩酸塩 …… 865
パンテチン …… 865
パントテン酸カルシウム …… 866

ヒ

沈降 B 型肝炎ワクチン …… 866
ピコスルファートナトリウム水和物 …… 867
ビサコジル …… 867
ビサコジル坐剤 …… 868
乾燥 BCG ワクチン …… 869
ビタミン A 油 …… 869
ビタミン A 油カプセル …… 869
複方ビタミン B 散 …… 869
ヒトインスリン（遺伝子組換え） …… 870
人全血液 …… 872
人免疫グロブリン …… 872
ヒドララジン塩酸塩 …… 872
ヒドララジン塩酸塩散 …… 873
ヒドララジン塩酸塩錠 …… 873
注射用ヒドララジン塩酸塩 …… 873
ヒドロキシジン塩酸塩 …… 874
ヒドロキシジンパモ酸塩 …… 874
ヒドロキシプロピルセルロース …… 875
低置換度ヒドロキシプロピルセルロース …… 876
ヒドロキソコバラミン酢酸塩 …… 877
ヒドロクロロチアジド …… 878
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 …… 879
ヒドロコルチゾン …… 880
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル …… 880
ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム …… 881
ヒドロコルチゾン酢酸エステル …… 882
ヒドロコルチゾン酪酸エステル …… 883
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム …… 884
ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏 …… 885
ピブメシリナム塩酸塩 …… 886
ヒプロメロース …… 887
ヒプロメロースフタル酸エステル …… 888
ピペミド酸水和物 …… 889
ピペラシリンナトリウム …… 890
注射用ピペラシリンナトリウム …… 891
ピペラジンアジピン酸塩 …… 892
ピペラジンリン酸塩水和物 …… 892
ピペラジンリン酸塩錠 …… 893
ビペリデン塩酸塩 …… 893
ビホナゾール …… 894
ヒマシ油 …… 894
加香ヒマシ油 …… 895
ピマリシン …… 895
ヒメクロモン …… 896
沈降精製百日せきワクチン …… 897
沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン …… 897
ピラジナミド …… 897

ピラルビシン …… 898
ピランテルパモ酸塩 …… 899
ピリドキシン塩酸塩 …… 900
ピリドキシン塩酸塩注射液 …… 900
ピリドスチグミン臭化物 …… 901
ピレノキシン …… 902
ピレンゼピン塩酸塩水和物 …… 902
ピロ亜硫酸ナトリウム …… 903
ピロカルピン塩酸塩 …… 904
ピロキシカム …… 905
ピロキシリン …… 905
ピロールニトリン …… 906
ビンクリスチン硫酸塩 …… 907
ピンドロール …… 908
ビンブラスチン硫酸塩 …… 908
注射用ビンブラスチン硫酸塩 …… 909

フ

ファモチジン …… 910
ファモチジン散 …… 911
ファモチジン錠 …… 911
注射用ファモチジン …… 912
ファロペネムナトリウム水和物 …… 913
ファロペネムナトリウム錠 …… 914
シロップ用ファロペネムナトリウム …… 914
フィトナジオン …… 915
乾燥弱毒生風しんワクチン …… 916
フェニトイン …… 916
フェニトイン散 …… 917
フェニトイン錠 …… 917
注射用フェニトインナトリウム …… 917
L-フェニルアラニン …… 918
フェニルブタゾン …… 918
フェニレフリン塩酸塩 …… 919
フェネチシリンカリウム …… 920
フェノバルビタール …… 921
フェノバルビタール散 10％ …… 921
フェノール …… 922
液状フェノール …… 922
消毒用フェノール …… 922
フェノール水 …… 923
消毒用フェノール水 …… 923
フェノール・亜鉛華リニメント …… 923
歯科用フェノール・カンフル …… 924
フェノールスルホンフタレイン …… 924
フェノールスルホンフタレイン注射液 …… 925
フェンタニルクエン酸塩 …… 925
フェンブフェン …… 926
ブクモロール塩酸塩 …… 926
フシジン酸ナトリウム …… 927
ブシラミン …… 928
ブスルファン …… 928
ブチルスコポラミン臭化物 …… 929
ブドウ酒 …… 930
ブドウ糖 …… 932
ブドウ糖注射液 …… 932
ブトロピウム臭化物 …… 933
ブナゾシン塩酸塩 …… 934
ブフェキサマク …… 934
ブフェキサマククリーム …… 935
ブフェキサマク軟膏 …… 935
ブフェトロール塩酸塩 …… 936
ブプラノロール塩酸塩 …… 937
ブメタニド …… 938
フラジオマイシン硫酸塩 …… 939
プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物 …… 940
プラゼパム …… 941
プラゼパム錠 …… 941
プラノプロフェン …… 942
プラバスタチンナトリウム …… 943
フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム …… 944
フラボキサート塩酸塩 …… 945
プリミドン …… 946
フルオキシメステロン …… 947
フルオシノニド …… 948
フルオシノロンアセトニド …… 949
フルオレセインナトリウム …… 950
フルオロウラシル …… 950
フルオロメトロン …… 951
フルジアゼパム …… 952
フルシトシン …… 953
フルスルチアミン塩酸塩 …… 954
フルニトラゼパム …… 955
フルフェナジンエナント酸エステル …… 955
フルラゼパム …… 956
フルラゼパムカプセル …… 957
フルラゼパム塩酸塩 …… 957
プルラン …… 958
フルルビプロフェン …… 958
ブレオマイシン塩酸塩 …… 960
ブレオマイシン硫酸塩 …… 962
プレドニゾロン …… 963
プレドニゾロン錠 …… 964
プレドニゾロンコハク酸エステル …… 965
注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム …… 966
プレドニゾロン酢酸エステル …… 967
プロカイン塩酸塩 …… 968
プロカイン塩酸塩注射液 …… 968
プロカインアミド塩酸塩 …… 969
プロカインアミド塩酸塩錠 …… 969
プロカインアミド塩酸塩注射液 …… 970
プロカテロール塩酸塩水和物 …… 970
プロカルバジン塩酸塩 …… 971
プログルミド …… 972
プロクロルペラジンマレイン酸塩 …… 972

プロクロルペラジンマレイン酸塩錠 …… 973
プロゲステロン …… 974
プロゲステロン注射液 …… 974
フロセミド …… 975
フロセミド錠 …… 976
プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液 …… 977
プロタミン硫酸塩 …… 977
プロタミン硫酸塩注射液 …… 978
プロチオナミド …… 978
プロチレリン …… 979
プロチレリン酒石酸塩水和物 …… 980
プロテイン銀 …… 980
プロテイン銀液 …… 981
プロパンテリン臭化物 …… 981
プロピルチオウラシル …… 982
プロピルチオウラシル錠 …… 982
プロピレングリコール …… 983
プロプラノロール塩酸塩 …… 983
プロプラノロール塩酸塩錠 …… 984
フロプロピオン …… 985
フロプロピオンカプセル …… 986
プロベネシド …… 986
プロベネシド錠 …… 987
ブロマゼパム …… 988
ブロムヘキシン塩酸塩 …… 988
プロメタジン塩酸塩 …… 989
フロモキセフナトリウム …… 990
注射用フロモキセフナトリウム …… 991
ブロモクリプチンメシル酸塩 …… 992
ブロモバレリル尿素 …… 993

へ

ベカナマイシン硫酸塩 …… 993
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル …… 994
ベザフィブラート …… 995
ベザフィブラート徐放錠 …… 996
ベタネコール塩化物 …… 997
ベタヒスチンメシル酸塩 …… 997
ベタヒスチンメシル酸塩錠 …… 998
ベタメタゾン …… 1000
ベタメタゾン錠 …… 1000
ベタメタゾン吉草酸エステル …… 1002
ベタメタゾン吉草酸エステル・
　ゲンタマイシン硫酸塩クリーム …… 1002
ベタメタゾン吉草酸エステル・
　ゲンタマイシン硫酸塩軟膏 …… 1004
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル …… 1005
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム …… 1006
ペチジン塩酸塩 …… 1007
ペチジン塩酸塩注射液 …… 1008
ベニジピン塩酸塩 …… 1008
ベニジピン塩酸塩錠 …… 1009
ヘパリンナトリウム …… 1011
ヘパリンナトリウム注射液 …… 1012
ペプロマイシン硫酸塩 …… 1012
ベラパミル塩酸塩 …… 1014
ベラパミル塩酸塩錠 …… 1014
ペルフェナジン …… 1015
ペルフェナジン錠 …… 1016
ペルフェナジンマレイン酸塩 …… 1016
ペルフェナジンマレイン酸塩錠 …… 1017
ベルベリン塩化物水和物 …… 1018
ベンザルコニウム塩化物 …… 1019
濃ベンザルコニウム塩化物液 50 …… 1019
ベンザルコニウム塩化物液 …… 1020
ベンジルアルコール …… 1020
ベンジルペニシリンカリウム …… 1022
ベンジルペニシリンベンザチン水和物 …… 1023
ベンズブロマロン …… 1024
ベンゼトニウム塩化物 …… 1025
ベンゼトニウム塩化物液 …… 1026
ベンセラジド塩酸塩 …… 1026
ペンタゾシン …… 1027
ペントキシベリンクエン酸塩 …… 1027
ベントナイト …… 1028
ペントバルビタールカルシウム …… 1029
ペンブトロール硫酸塩 …… 1030

ホ

ホウ酸 …… 1030
ホウ砂 …… 1031
抱水クロラール …… 1031
ボグリボース …… 1032
ボグリボース錠 …… 1033
ホスフェストロール …… 1034
ホスフェストロール錠 …… 1035
ホスホマイシンカルシウム水和物 …… 1035
ホスホマイシンナトリウム …… 1036
注射用ホスホマイシンナトリウム …… 1037
乾燥ボツリヌスウマ抗毒素 …… 1038
ポビドン …… 1038
ポビドンヨード …… 1040
ホマトロピン臭化水素酸塩 …… 1040
ホモクロルシクリジン塩酸塩 …… 1041
経口生ポリオワクチン …… 1042
ポリスチレンスルホン酸カルシウム …… 1042
ポリスチレンスルホン酸ナトリウム …… 1043
ポリソルベート 80 …… 1044
ホリナートカルシウム …… 1045
ポリミキシン B 硫酸塩 …… 1046
ホルマリン …… 1046
ホルマリン水 …… 1047
ホルモテロールフマル酸塩水和物 …… 1047

マ

マイトマイシン C …… 1048
マーキュロクロム …… 1049
マーキュロクロム液 …… 1050
マクロゴール 400 …… 1050
マクロゴール 1500 …… 1051
マクロゴール 4000 …… 1051
マクロゴール 6000 …… 1052
マクロゴール 20000 …… 1052
マクロゴール軟膏 …… 1053
乾燥弱毒生麻しんワクチン …… 1053
マプロチリン塩酸塩 …… 1053
乾燥まむしウマ抗毒素 …… 1054
マルトース水和物 …… 1054
D−マンニトール …… 1055
D−マンニトール注射液 …… 1056

ミ

ミグレニン …… 1056
ミクロノマイシン硫酸塩 …… 1057
ミコナゾール …… 1058
ミコナゾール硝酸塩 …… 1058
ミツロウ …… 1059
サラシミツロウ …… 1059
ミデカマイシン …… 1060
ミデカマイシン酢酸エステル …… 1060
ミノサイクリン塩酸塩 …… 1061
ミョウバン水 …… 1062

ム

ムピロシンカルシウム水和物 …… 1063

メ

メキシレチン塩酸塩 …… 1064
メキタジン …… 1065
メグルミン …… 1065
メクロフェノキサート塩酸塩 …… 1066
メコバラミン …… 1067
メストラノール …… 1068
メダゼパム …… 1068
メタンフェタミン塩酸塩 …… 1069
L−メチオニン …… 1070
メチクラン …… 1070
メチラポン …… 1071
dl−メチルエフェドリン塩酸塩 …… 1072
dl−メチルエフェドリン塩酸塩散 10％ …… 1073
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 …… 1073
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠 …… 1074
メチルジゴキシン …… 1075
メチルセルロース …… 1076
メチルテストステロン …… 1078
メチルテストステロン錠 …… 1079
メチルドパ水和物 …… 1079
メチルドパ錠 …… 1080
メチルプレドニゾロン …… 1081
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル …… 1081
メチルベナクチジウム臭化物 …… 1082
メチルロザニリン塩化物 …… 1083
メテノロンエナント酸エステル …… 1084
メテノロンエナント酸エステル注射液 …… 1084
メテノロン酢酸エステル …… 1085
メトキサレン …… 1085
メトクロプラミド …… 1086
メトクロプラミド錠 …… 1087
メトトレキサート …… 1087
メトプロロール酒石酸塩 …… 1088
メトプロロール酒石酸塩錠 …… 1089
メトホルミン塩酸塩 …… 1090
メトホルミン塩酸塩錠 …… 1090
メトロニダゾール …… 1091
メトロニダゾール錠 …… 1092
メナテトレノン …… 1092
メピチオスタン …… 1094
メピバカイン塩酸塩 …… 1095
メピバカイン塩酸塩注射液 …… 1095
メフェナム酸 …… 1096
メフルシド …… 1097
メフルシド錠 …… 1097
メフロキン塩酸塩 …… 1098
メペンゾラート臭化物 …… 1099
メルカプトプリン水和物 …… 1099
メルファラン …… 1100
メロペネム水和物 …… 1101
dl−メントール …… 1101
l−メントール …… 1102

モ

モノステアリン酸アルミニウム …… 1102
モノステアリン酸グリセリン …… 1103
モルヒネ塩酸塩水和物 …… 1103
モルヒネ塩酸塩錠 …… 1104
モルヒネ塩酸塩注射液 …… 1105
モルヒネ・アトロピン注射液 …… 1105

ヤ

薬用石ケン …… 1106
薬用炭 …… 1107
ヤシ油 …… 1107

ユ

ユーカリ油 …… 1108
ユビデカレノン …… 1108

ヨ

ヨウ化カリウム …… 1109
ヨウ化ナトリウム …… 1110
ヨウ化ナトリウム（^{123}I）カプセル …… 1110
ヨウ化ナトリウム（^{131}I）液 …… 1110
ヨウ化ナトリウム（^{131}I）カプセル …… 1110
ヨウ化人血清アルブミン（^{131}I）注射液 …… 1111
ヨウ化ヒプル酸ナトリウム（^{131}I）注射液 …… 1111
葉酸 …… 1111
葉酸錠 …… 1112
葉酸注射液 …… 1112
ヨウ素 …… 1112
ヨーダミド …… 1113
ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液 …… 1114
ヨードチンキ …… 1114
希ヨードチンキ …… 1115
歯科用ヨード・グリセリン …… 1115
複方ヨード・グリセリン …… 1116
ヨード・サリチル酸・フェノール精 …… 1117
ヨードホルム …… 1119

ラ

ラウリル硫酸ナトリウム …… 1119
ラウロマクロゴール …… 1120
ラクツロース …… 1120
ラタモキセフナトリウム …… 1121
ラッカセイ油 …… 1122
ラナトシド C …… 1123
ラナトシド C 錠 …… 1123
ラニチジン塩酸塩 …… 1124
加水ラノリン …… 1125
精製ラノリン …… 1126

リ

リオチロニンナトリウム …… 1127
リオチロニンナトリウム錠 …… 1128
リシノプリル水和物 …… 1129
リシノプリル錠 …… 1130
L-リジン塩酸塩 …… 1131
リゾチーム塩酸塩 …… 1132
リドカイン …… 1132
リドカイン注射液 …… 1133
リトドリン塩酸塩 …… 1134
リトドリン塩酸塩錠 …… 1135
リファンピシン …… 1136
リファンピシンカプセル …… 1137
リボスタマイシン硫酸塩 …… 1138
リボフラビン …… 1139
リボフラビン散 …… 1140
リボフラビン酪酸エステル …… 1140
リボフラビンリン酸エステルナトリウム …… 1141
リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液 …… 1142
リマプロスト　アルファデクス …… 1143
硫酸亜鉛水和物 …… 1144
硫酸亜鉛点眼液 …… 1144
乾燥硫酸アルミニウムカリウム …… 1144
硫酸アルミニウムカリウム水和物 …… 1145
硫酸カリウム …… 1145
硫酸鉄水和物 …… 1146
硫酸バリウム …… 1146
硫酸マグネシウム水和物 …… 1147
硫酸マグネシウム水 …… 1147
硫酸マグネシウム注射液 …… 1147
リンゲル液 …… 1148
リンコマイシン塩酸塩水和物 …… 1148
無水リン酸水素カルシウム …… 1149
リン酸水素カルシウム水和物 …… 1150
リン酸水素ナトリウム水和物 …… 1150
リン酸二水素カルシウム水和物 …… 1151

レ

レセルピン …… 1152
レセルピン散 0.1％ …… 1153
レセルピン錠 …… 1153
レセルピン注射液 …… 1154
レチノール酢酸エステル …… 1154
レチノールパルミチン酸エステル …… 1155
レナンピシリン塩酸塩 …… 1156
レバロルファン酒石酸塩 …… 1157
レバロルファン酒石酸塩注射液 …… 1158
レボチロキシンナトリウム水和物 …… 1158
レボチロキシンナトリウム錠 …… 1159
レボドパ …… 1160
レボメプロマジンマレイン酸塩 …… 1161

ロ

L-ロイシン …… 1162
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩 …… 1162
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル …… 1163
ロキシスロマイシン …… 1165
ロキソプロフェンナトリウム水和物 …… 1166
ロキタマイシン …… 1167
ロラゼパム …… 1168

ワ

ワイル病秋やみ混合ワクチン …… *1169*
黄色ワセリン …… *1169*
白色ワセリン …… *1169*
親水ワセリン …… *1170*
ワルファリンカリウム …… *1170*
ワルファリンカリウム錠 …… *1171*

第十五改正日本薬局方
医薬品各条　生薬等目次

ア

アカメガシワ …… 1173
アセンヤク …… 1173
アセンヤク末 …… 1173
アヘン・トコン散 …… 1173
アマチャ …… 1174
アマチャ末 …… 1174
アラビアゴム …… 1174
アラビアゴム末 …… 1175
アロエ …… 1175
アロエ末 …… 1176
アンソッコウ …… 1177
アンモニア・ウイキョウ精 …… 1177

イ

イレイセン …… 1177
インチンコウ …… 1178
インヨウカク …… 1178

ウ

ウイキョウ …… 1179
ウイキョウ末 …… 1179
ウイキョウ油 …… 1179
ウコン …… 1180
ウヤク …… 1180
ウワウルシ …… 1180
ウワウルシ流エキス …… 1181

エ

エイジツ …… 1181
エイジツ末 …… 1181
エンゴサク …… 1182

オ

オウギ …… 1182
オウゴン …… 1183
オウゴン末 …… 1183
オウセイ …… 1184
オウバク …… 1185
オウバク末 …… 1185
パップ用複方オウバク散 …… 1186
オウバク・タンナルビン・ビスマス散 …… 1186
オウレン …… 1187
オウレン末 …… 1188
オンジ …… 1189
オンジ末 …… 1189

カ

カゴソウ …… 1189
カシュウ …… 1190
ガジュツ …… 1190
カッコン …… 1190
葛根湯エキス …… 1191
カノコソウ …… 1193
カノコソウ末 …… 1193
加味逍遙散エキス …… 1193
カロコン …… 1196
カンキョウ …… 1196
カンゾウ …… 1197
カンゾウ末 …… 1198
カンゾウエキス …… 1198
カンゾウ粗エキス …… 1199
カンテン …… 1199
カンテン末 …… 1200

キ

キキョウ …… 1200
キキョウ末 …… 1200
キキョウ流エキス …… 1201
キクカ …… 1201
キササゲ …… 1201
キジツ …… 1202
キョウカツ …… 1202
キョウニン …… 1202
キョウニン水 …… 1203

ク

クコシ …… 1203
クジン …… 1203
クジン末 …… 1204
苦味チンキ …… 1204

ケ

ケイガイ …… 1204
ケイヒ …… 1204
ケイヒ末 …… 1205

ケイヒ油 …… 1205
ケツメイシ …… 1205
ケンゴシ …… 1206
ゲンチアナ …… 1206
ゲンチアナ末 …… 1206
ゲンチアナ・重曹散 …… 1207
ゲンノショウコ …… 1207
ゲンノショウコ末 …… 1207

コ

コウカ …… 1207
コウジン …… 1208
コウブシ …… 1209
コウブシ末 …… 1209
コウボク …… 1209
コウボク末 …… 1210
ゴオウ …… 1210
ゴシツ …… 1211
ゴシュユ …… 1211
ゴボウシ …… 1212
ゴミシ …… 1212
コメデンプン …… 1212
コロンボ …… 1212
コロンボ末 …… 1213
コンズランゴ …… 1213
コンズランゴ流エキス …… 1213

サ

サイコ …… 1213
サイシン …… 1214
柴苓湯エキス …… 1215
サフラン …… 1217
サンキライ …… 1218
サンキライ末 …… 1218
サンシシ …… 1218
サンシシ末 …… 1219
サンシュユ …… 1219
サンショウ …… 1220
サンショウ末 …… 1220
サンソウニン …… 1220
サンヤク …… 1221
サンヤク末 …… 1221

シ

ジオウ …… 1221
シゴカ …… 1222
ジコッピ …… 1222
シコン …… 1222
シツリシ …… 1223
シャクヤク …… 1223
シャクヤク末 …… 1224
ジャショウシ …… 1225
シャゼンシ …… 1225
シャゼンソウ …… 1225
苦味重曹水 …… 1225
ジュウヤク …… 1226
シュクシャ …… 1226
シュクシャ末 …… 1226
ショウキョウ …… 1226
ショウキョウ末 …… 1227
ショウズク …… 1227
ショウマ …… 1227
シンイ …… 1227

セ

セッコウ …… 1228
焼セッコウ …… 1228
セネガ …… 1228
セネガ末 …… 1229
セネガシロップ …… 1229
センキュウ …… 1229
センキュウ末 …… 1229
センコツ …… 1230
センソ …… 1230
センナ …… 1231
センナ末 …… 1232
センブリ …… 1233
センブリ末 …… 1233
センブリ・重曹散 …… 1234

ソ

ソウジュツ …… 1234
ソウジュツ末 …… 1235
ソウハクヒ …… 1235
ソボク …… 1235
ソヨウ …… 1236

タ

ダイオウ …… 1236
ダイオウ末 …… 1237
複方ダイオウ・センナ散 …… 1238
大黄甘草湯エキス …… 1238
タイソウ …… 1239
タクシャ …… 1239
タクシャ末 …… 1240

チ

チクセツニンジン …… 1240
チクセツニンジン末 …… 1240

チモ …… 1240
チョウジ …… 1241
チョウジ末 …… 1241
チョウジ油 …… 1241
チョウトウコウ …… 1242
チョレイ …… 1242
チョレイ末 …… 1243
チンピ …… 1243

テ

テンマ …… 1243
テンモンドウ …… 1243

ト

トウガシ …… 1244
トウガラシ …… 1244
トウガラシ末 …… 1245
トウガラシチンキ …… 1246
トウガラシ・サリチル酸精 …… 1246
トウキ …… 1247
トウキ末 …… 1247
トウニン …… 1247
トウニン末 …… 1248
トウヒ …… 1248
トウヒシロップ …… 1248
トウヒチンキ …… 1249
トコン …… 1249
トコン末 …… 1250
トコンシロップ …… 1250
トチュウ …… 1251
トラガント …… 1251
トラガント末 …… 1251

ニ

ニガキ …… 1252
ニガキ末 …… 1252
ニンジン …… 1252
ニンジン末 …… 1253
ニンドウ …… 1254

ハ

バイモ …… 1255
バクモンドウ …… 1255
ハチミツ …… 1255
ハッカ …… 1256
ハッカ水 …… 1256
ハッカ油 …… 1256
ハマボウフウ …… 1257
ハンゲ …… 1257

ヒ

ビャクシ …… 1257
ビャクジュツ …… 1258
ビャクジュツ末 …… 1258
ビワヨウ …… 1258
ビンロウジ …… 1259

フ

ブクリョウ …… 1259
ブクリョウ末 …… 1259
ブシ …… 1260
ブシ末 …… 1261

フ

ベラドンナコン …… 1262
ベラドンナエキス …… 1263
ヘンズ …… 1264

ホ

ボウイ …… 1264
ボウコン …… 1264
ボウフウ …… 1264
ボタンピ …… 1265
ボタンピ末 …… 1265
補中益気湯エキス …… 1266
ホミカ …… 1269
ホミカエキス …… 1270
ホミカエキス散 …… 1270
ホミカチンキ …… 1271
ボレイ …… 1271
ボレイ末 …… 1272

マ

マオウ …… 1272
マクリ …… 1273
マシニン …… 1273

モ

モクツウ …… 1273
モッコウ …… 1274

ヤ

ヤクチ …… 1274

ユ

ユウタン …… 1274

ヨ

ヨクイニン …… 1274
ヨクイニン末 …… 1275

リ

リュウコツ …… 1275
リュウタン …… 1275
リュウタン末 …… 1276
リョウキョウ …… 1276
苓桂朮甘湯エキス …… 1276

レ

レンギョウ …… 1278
レンニク …… 1278

ロ

ロジン …… 1278
ロートコン …… 1278
ロートエキス …… 1279
ロートエキス散 …… 1280
ロートエキス・アネスタミン散 …… 1281
ロートエキス・カーボン散 …… 1282
複方ロートエキス・ジアスターゼ散 …… 1282
ロートエキス・タンニン坐剤 …… 1282
ロートエキス・パパベリン・アネスタミン散 …… 1282

第十五改正日本薬局方

日本薬局方沿革略記

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

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

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

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

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

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

第二版日本藥局方が発行されてから，ほとんど 10 年，医学及び藥学の進歩に伴って，再度の改正を必要とするようになり，明治 33 年 3 月勅令第 80 号をもって，日本藥局方調査会官制が発布され，同年 4 月内務省衛生局長長谷川泰を日本藥局方調査会

長に，東京帝国大学医科大学教授理学博士薬学博士長井長義，同薬学博士下山順一郎，同薬学博士丹波敬三，同医学博士高橋順太郎，同医学博士青山胤通，衛生試験所技師薬学博士田原良純，同辻岡精輔，同島田耕一，宮内省薬剤師長山田董，陸軍軍医監医学博士小池正直，同薬剤監平山増之助，海軍軍医大監木村壯介，同薬剤監高橋秀松，警視庁技師池口慶三及び医学博士樫村清徳を同委員に内務技師宮入慶之助を同幹事に，同年 6 月陸軍三等軍医正平井政適を同委員に任命した．明治 34 年 5 月，医学博士青山胤通委員を解かれ，東京帝国大学教授医学博士入澤達吉が代わって任命された．明治 35 年 3 月，幹事宮入慶之助退官のため，内務技師栗本庸勝がこれに代わった．同年 7 月，長谷川泰会長を解かれ，陸軍軍医総監男爵石黒忠悳が代わって任命された．同月，委員医学博士樫村清徳死去し，同年 10 月，佐藤佐が代わって任命され，同年 12 月幹事栗本庸勝転任のため，内務省参事官小原新三がこれに代わった．明治 36 年 4 月，幹事小原新三転任し，内務省衛生局長森田茂吉が代わって任命された．同年 9 月幹事森田茂吉転任し，後任に衛生局長窪田靜太郎が代わって任命された．同年 12 月，医学博士小池正直委員を解かれ，明治 37 年 2 月，東京帝国大学医科大学助教授薬学博士丹羽藤吉郎が代わって任命された．同年 6 月，委員辻岡精輔死去し，同年 7 月，衛生試験所技師齋藤寛猛が代わって任命された．

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

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

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

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

第二条　日本薬局方調査会は会長一人委員十六人以内を以て之を組織す

　臨時必要の場合に於ては前項定員の外臨時委員を命することを得

第三条　会長，委員及臨時委員は内務大臣の奏請に依り内閣に於て之を命す

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

第四条　日本薬局方調査会に幹事一人を置き内務省高等官を以て之に充つ

第五条　日本薬局方調査会に主査委員を置くことを得

　主査委員は内務大臣委員中より之を命す

第六条　会長は会務及議事を整理し其決議を内務大臣に具申す

第七条　会長事故あるときは内務大臣の指定したる委員其事務を代理す

第八条　幹事は会長の指揮を承け庶務を整理す

第九条　日本薬局方調査会は議事規則を議定し内務大臣の認可を受くへし

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

第十一条　日本薬局方調査会に書記を置き内務省判任官を以て之に充つ

　書記は会長及幹事の指揮を承け庶務に従事す

第十二条　書記には一箇年百円以内の手当を給することを得（削除）

　附　則

本令は明治三十九年四月一日より之を施行す

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

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

明治 40 年 7 月内務省令第 18 号，防疫用石炭酸追加の件ほか 4 件．明治 41 年 12 月内務省令第 21 号，バクチ水の条項改正の件ほか 4 件．明治 42 年 11 月内務省令第 22 号，硼酸の条中改正の件ほか 34 件．明治 43 年 5 月内務省令第 21 号，阿片の条中改正の件．明治 44 年 12 月内務省令第 20 号，タンニン酸の条項改正の件ほか 11 件．明治 45 年 5 月内務省令第 4

号，ヨードホルム綿の条中改正の件ほか 5 件．大正 2 年 3 月内務省令第 2 号，アセトアニリードの条中改正の件ほか 33 件．大正 2 年 12 月内務省令第 20 号，含水ラノリンの条項改正の件ほか 8 件．

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

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

第四改正日本薬局方が発布されたのち，改正されたものは次のとおりである．

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

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

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

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

日本薬局方調査会官制　　（昭和十年九月二十日勅令第二百七十四号）

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

第二条　調査会は会長一人及委員十六人以内を以て組織す

特別の事項を調査審議するため必要あるときは臨時委員を置くことを得

第三条　会長は内務大臣の奏請に依り内閣に於て之を命す

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

会長竝に学識経験ある者の中より命せられたる委員及臨時委員の任期は四年とす

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

第四条　会長は会務を総理す
　会長事故あるときは内務大臣の指名する委員其の職務を代理す
第五条　調査会に幹事を置く内務大臣の奏請に依り内閣に於て之を命す
　幹事は会長の指揮を承け庶務を整理し臨時命を受け第一条に掲くる事項の調査に従事す
第六条　調査会に書記を置く内務大臣之を命す
　書記は上司の指揮を承け庶務に従事す
　　附　則
本令は公布の日より之を施行す
明治三十九年勅令第五十三号日本薬局方官制は之を廃止す
諸調査会等の職員旅費支給規則中日本薬局方調査会の職員に関する規定は本令に依る日本薬局方調査会に関する規定とす

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

第五改正日本薬局方を発布したのち，改正されたものは次のとおりである．

昭和 7 年 10 月内務省令第 34 号，試薬稀硝酸中改正の件．昭和 8 年 12 月内務省令第 50 号，一般試験法中改正の件並びに葛澱粉の条中改正の件ほか 4 件及び定規液十分定規チオ硫酸ソーダ液中改正の件．昭和 11 年 7 月内務省令第 18 号，ベタナフトールの条中改正の件及び劇薬表中改正の件．昭和 12 年 5 月内務省令第 20 号，乳酸の条中改正の件ほか 21 件．昭和 13 年 6 月厚生省令第 9 号，ホルマリン石鹸液の条中改正の件ほか 5 件．昭和 14 年 8 月厚生省令第 27 号，一般試験法中改正の件並びにアセトンの条中改正の件ほか 103 件，常備薬表，毒薬表及び劇薬表中改正の件，アセタルゾールほか 63 件追加の件及びキナ酒ほか 1 件削除の件．昭和 16 年 12 月厚生省令第 55 号，凡例中 5 項目追加の件，一般試験法中改正の件並びにアセトアニリードの条中改正の件ほか 166 件及び劇薬表中改正の件，甘藷澱粉ほか 4 件追加の件及びゲンチアナエキス削除の件．昭和 17 年 11 月厚生省令第 57 号，凡例中改正の件並びにクレゾールの条中改正の件外 14 件及び常備薬表中改正の件，アセトスルファミンほか 4 件追加の件及びクレゾールほか 3 件削除の件．昭和 18 年 11 月厚生省令第 49 号，白糖の条中改正の件ほか 1 件．昭和 19 年 4 月厚生省令第 15 号，凡例中改正の件，一般試験法中改正の件並びにアセタルゾールの条中改正の件ほか 84 件及び試薬中改正の件，玉蜀黍澱粉ほか 25 件追加の件及び塩酸キニーネ丸ほか 3 件削除の件．昭和 19 年 9 月厚生省令第 32 号，塩化カルシウムの条中改正の件ほか 2 件，硫酸コデインほか 2 件追加の件，ルゴール液削除の件及びアミノ安息香酸エチルほか 23 件別名追加の件．昭和 20 年 3 月厚生省令第 8 号，イヒチオール坐剤の条中改正の件ほか 10 件及び消毒用アルコールほか 1 件追加の件．昭和 21 年 3 月厚生省令第 13 号，ビタミン C 末の条中改正の件ほか 3 件及びヅルチン追加の件．昭和 21 年 6 月厚生省令第 27 号，常備薬表中改正の件．昭和 21 年 10 月厚生省令第 44 号，ビタミン B_1 注射液の条中改正の件．昭和 22 年 1 月厚生省令第 3 号，リゾールの条中改正の件ほか 2 件．昭和 23 年 5 月厚生省令第 15 号，ビタミン B_1 液の条中改正の件ほか 8 件．

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

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

会　長	池口慶三	慶松勝左衛門	緒方　章	
委　員	淺野三千三	朝比奈泰彦	東　龍太郎	石館守三
	磯野周平	岡田文秀	落合英二	柿沼昊作
	勝俣　稔	加藤於兎丸	神林　浩	亀山孝一
	刈米達夫	北島多一	衣笠　豊	栗本庸勝
	小泉親彦	近藤平三郎	小林芳人	坂口康蔵
	澤　重民	柴田桂太	島薗順次郎	清水寅次

	菅澤重彦	高木誠司	高橋三郎	高橋新一郎
	高橋酉蔵	田口文太	田中肥後太郎	田宮猛雄
	田村憲造	鶴田禎次郎	中野太郎	灘尾弘吉
	西崎弘太郎	西野忠次郎	狭間茂	畑忠三
	服部健三	林信夫	林春雄	藤田直市
	保利信明	町口英三	松尾仁	三浦謹之助
	三木良英	三田村篤志郎	宮川米次	山口誠太郎
	渡邊又治郎			
臨時委員	阿部勝馬	池田文治	石尾正文	落合亀太郎
	今野運治	佐々木隆興	篠田淳三	清水藤太郎
	杉井善雄	村山義温	湯淺武孫	
幹事	井川俊一	石福覺治	伊藤幹愛	江本龍雄
	大岡増二郎	小川俊太郎	掛見喜一郎	加藤貞武
	神谷秀夫	上尾庄次郎	川崎近太郎	木村忠二郎
	熊谷洋	黒野吾市	慶松一郎	酒井威
	坂上米次	清水辰太	白松喜久代	白松篤樹
	椙山庸吉	田邊左門	寺田安一	長澤佳熊
	野間正秋	原一郎	日南田義治	福地言一郎
	宮田為益	村原正直	百瀬勉	森喜一
	山口一孝	米田喜一郎		

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

第六改正日本薬局方に従事した者は次のとおりである．

公定書小審議会

委員長	緒方章			
委員	東龍太郎	阿部勝馬	石館守三	大塚一矩
	落合英二	尾隠山秀雄	柿沼昊作	柿沼三郎
	刈米達夫	木村康一	木村雄四郎	桑田智
	慶松一郎	小島三郎	小林芳人	近藤龍
	清水藤太郎	菅澤重彦	高木誠司	高橋酉蔵
	竹内甲子二	辰濃尚次郎	田中丑雄	田宮猛雄
	中村敬三	西野忠次郎	野口敬身	畑忠三

	福地言一郎	不破龍登代	松尾　仁	村山義温
	矢野　潔			
部会長	入江七平	柿沼三郎	刈米達夫	木村康一
	木村雄四郎	桑田　智	小島三郎	近藤　龍
	清水藤太郎	高木誠司	畑　忠三	
部　員	青木　大	石井基一	石川正雄	石津一貫
	石福覺治	石正茂太郎	市川重春	伊藤四十二
	今井統雄	上尾庄次郎	植田高三	上田武雄
	浮田忠之進	歌橋均也	宇野豊三	梅澤濱夫
	江本龍雄	大岡増二郎	大島寅彦	岡崎文二
	小川俊太郎	尾隠山秀雄	掛見喜一郎	笠木顯治
	加藤貞武	鐘ヶ江　久	川崎近太郎	熊谷　洋
	栗原廣三	黒田辰一郎	慶松一郎	河内善一郎
	木島正夫	小林勘次郎	西海枝東雄	酒井　威
	坂上米次	坂口武一	櫻井喜一	澤田　弘
	柴田承二	嶋田玄彌	嶋野　武	下澤　剛
	下村　孟	椙山庸吉	鈴木友二	関沢　剛
	千秋三郎	高木敬次郎	高橋眞太郎	竹内甲子二
	田中　穣	田邊尚文	田邊　普	塚元久雄
	津田恭介	筒井　清	恒松不二雄	富樫英一
	富本　苞	長澤佳熊	長瀬雄三	中野　勇
	中村敬三	中村多蔵	長友浪夫	西大路隆憲
	丹羽貴知蔵	野上　壽	橋本　祝	原　一郎
	日南田義治	桧山　實	平山久雄	福沢　壽
	福地言一郎	福見秀雄	藤田宇三郎	藤田路一
	不破龍登代	星野　誠	堀井善一	三堀三郎
	百瀬　勉	矢追秀武	柳生正見	山本克己
	山岸　晃	山口一孝	山本隆一	和氣　勤
	渡邊　厚	渡邊　武		

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

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

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

それぞれ日本薬局方第一部及び日本薬局方第二部とみなすこととなった．

第六改正日本薬局方を昭和 26 年 3 月公布したのち，医薬品の急激な進歩，試験法の発達などの情勢に伴い，日本薬局方の全面的改正の必要を生じ，薬事法第 30 条（昭和 23 年法律第 197 号）の規定により，薬事審議会は厚生大臣の諮問に応じて第七次改正日本薬局方の作成に着手することになった．しかし，当時，追補及び第二改正国民医薬品集の作成にもっぱら当たっていたので，昭和 30 年 3 月第二改正国民医薬品集の改正終了とともに，引き続き直ちに第七次改正日本薬局方の調査に着手した．まず，同年 9 月組織及びその改正の方針を決定した．組織については大改正の調査に万全を期する目的で，東西連絡会，関東総括部会，関西総括部会，関東及び関西の生薬部会，同じく製剤部会の各専門部会を順次結成し，さらに特殊専門部会として，分析小委員会及び薬用量小委員会を設け，それぞれ部会長及び調査員を委嘱した．こうして昭和 30 年に改正に着手してから昭和 36 年 3 月までの間，公定書部会 4 回，東西連絡会 4 回，関東総括部会 58 回，関西総括部会 35 回，関東生薬部会 49 回，関西生薬部会 38 回，関東製剤部会 36 回，関西製剤部会 37 回，分析小委員会 70 回，薬用量小委員会 9 回を開催し，全編の調査を終了した．なお，原案の作成については東京医薬品工業協会技術委員会及び大阪医薬品協会技術研究委員会の協力を得た．この間，薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）の制定により，同法第 41 条の規定に従って第六改正日本薬局方及び第二改正国民医薬品集はそれぞれ日本薬局方第一部及び日本薬局方第二部とみなされることとなった．これにより本改正は第七改正日本薬局方第一部として，昭和 36 年 3 月 23 日薬事審議会の議決を経て，原案を厚生大臣に答申した．厚生大臣は昭和 36 年 4 月 1 日厚生省告示第 76 号をもって，第七改正日本薬局方として公布した．この改正において新たに収載したもの 177 品，改正前の日本薬局方第一部から引き続き収載したもの 379 品，改正前の日本薬局方第二部から転載したもの 207 品で全収載品目数は 763 品である．なお，改正前の日本薬局方第一部から日本薬局方第二部に移したものは 195 品で，また，削除したもの（日本薬局方外医薬品となったもの）は 74 品である．

第七改正日本薬局方第一部の調査改正に従事した者は次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

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

日本薬局方調査会

部会長	青木　大	掛見喜一郎	木村康一	木村雄四郎
	酒井　威	長澤佳熊	不破龍登代	
調査員	青木　大	朝比奈晴世	朝比奈正人	天野栄三
	石川正雄	池田良雄	市川重春	板井孝信
	井上康治	井上隆夫	今関和泉	岩田泰宏
	印藤元一	上尾庄次郎	植田卯太郎	植田高三
	上田栄一	上田武雄	宇野豊三	梅澤濱夫
	江本龍雄	近江岸隆太郎	緒方　章	小川俊太郎
	奥田拓男	奥田　治	太田健郎	掛見喜一郎
	勝井五一郎	加藤貞武	加藤保孝	鎌田　勝
	刈米達夫	川畑秀信	北野　茂	木村康一
	木村雄四郎	木本頼三郎	桑田　智	小泉聿郎
	河内善一郎	郡　定之	小島三郎	木島正夫
	小林幸衛	菰田太郎	坂井節雄	酒井　威
	櫻井喜一	櫻井欽夫	佐野恒一	沢田　弘

澤田義人	清水藤太郎	嶋田玄彌	下澤剛
下村孟	柴田承二	椙山庸吉	鈴木友二
高木敬次郎	高木誠司	高橋眞太郎	高村豊
滝戸道夫	田久保敬男	武田健一	武田義道
田島博明	田中穣	田村善蔵	辻智道
恒松不二夫	高樫英一	富本菟	長澤佳熊
長瀬雄三	中野勇	中村正夫	野上壽
野崎泰彦	能登武治	橋本庸平	秦清之
畑忠三	桧山実	福沢壽	福地言一郎
藤井正道	藤田路一	藤永善作	古谷力
不破龍登代	星野誠	松岡敏郎	松本郁男
水谷清	水沼清	宮崎順一	森島迪
森川利秋	諸江辰男	八木弥助	山岡静三郎
山本展由	山口一孝	横山復次	吉川俊夫
吉田英寛	吉田正信	渡辺厚	渡辺武
和田義晶			

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

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

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

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

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

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

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

第七改正日本薬局方第二部の調査改正に従事した者は次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

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

日本薬局方調査会

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

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

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

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

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

日本薬局方の改定についての意見

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

記

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

第八改正日本薬局方の調査改正に従事した者は次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

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

日本薬局方調査会

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

第八改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

第九改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

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

日本薬局方調査会

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

第九改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

昭和 51 年 11 月 9 日厚生省告示第 292 号，アミノフィリンの条ほか 24 条の改正の件及び塩酸モロキシジンの条の削除の件．昭和 52 年 8 月 1 日厚生省告示第 198 号，スルファメトキサゾールの条ほか 12 条及び一般試験法の改正の件並びにホモスルファミン・ケイ酸アルミ散の条の削除の件．昭和 53 年 5 月 2 日厚生省告示第 92 号，アセトヘキサミドほか 15 条の改正の件．昭和 54 年 3 月 13 日厚生省告示第 26 号，アミノピリン及びピラビタールの条の改正の件並びにピラビタール錠の条ほか 5 条の削除の件．昭和 54 年 8 月 1 日厚生省告示第 139 号，一般試験法の改正の件．昭和 55 年 6 月 10 日厚生省告示第 102 号，塩酸パパベリンほか 3 条の改正の件．

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

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

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

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

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

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

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

第十改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

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

日本薬局方調査会

委員長	井上哲男	江島　昭	大森義仁	川村次良
	鈴木郁生	名取信策	西本和光	
調査員	淺井康宏	阿部千一	井上哲男	岩崎由雄
	印藤元一	梅澤　修	浦久保五郎	江島　昭
	江本龍雄	大場琢磨	大森義仁	岡田　稔
	勝井五一郎	神谷庄造	川村次良	河村太郎
	北島　尚	倉田　浩	幸保文治	佐子　茂
	斎藤義雄	櫻井　寛	鮫島政義	柴崎利雄
	清水直容	下村裕子	杉浦　衛	杉下和夫

	鈴木郁生	瀬崎　仁	滝谷昭司	田窪栄一
	谷村悠徳	田村善蔵	永井吉澄	中島栄一
	永瀬一郎	永田耕一	名取信策	西川洋一
	西本和光	花野　学	原田宏吉	穂積啓一郎
	松井宣也	村山　智	持田研秀	米田該典
幹　事	石関忠一	大野昌子	木村俊夫	鯉淵昌信
	佐竹元吉	立沢政義	義平邦利	

第十改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

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

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

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

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

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

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

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

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

第十一改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

部会長	内山　充	梅澤　修	下村　孟	鈴木郁生
委　員	井上哲男	内山　充	梅澤　修	浦川紀元
	江島　昭	大森義仁	金井興美	金久保好男
	川村次良	幸保文治	小堀　進	宍戸　亮
	下村　孟	鈴木郁生	瀬崎　仁	田村善蔵
	鶴藤　丞	名尾良憲	名取信策	野田亮二
	原田正敏	福田英臣	堀　了平	本橋信夫
	村田良介			
臨時委員	淺井康宏	井上　昇	宇野豊三	浦川紀元

	神谷庄造	杉浦　衛	杉下和夫	辻　昭治郎
	寺尾允男	永瀬一郎	西本和光	花野　学
	山本皓一	米村壽男		

日本薬局方調査会

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

第十一改正日本薬局方公布後，改正及び削除されたものは，次のとおりである．

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

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

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

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

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

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

平成 2 年 11 月までに，総合委員会 5 回，収載品目委員会 9 回，化学薬品委員会及び第一化学薬品委員会 41 回，第二化学薬品委員会 13 回，一般試験法委員会 24 回，製剤委員会 14 回，生薬等委員会 21 回，名称等委員会 28 回，極量委員会 1 回を開催し，改正原案を完成した．なお，改正原案の作成に当たっては，東京医薬品工業協会技術委員会，大阪医薬品協会技術研究委員会，高分子膜分離技術振興協会，東京生薬協会，日本医療ガス協会，日本生薬連合会，日本油脂協会，日本香料工業会，日本

病院薬剤師会等の協力を得た．

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

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

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

第十二改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会

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

日本薬局方調査会

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

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

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

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

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

（3） 通則中医薬品の適否の判定の項の改正の件.

（4） 製剤総則中顆粒剤の項の改正の件.

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

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

（1） 第一部に塩酸アミトリプチリン錠のほか 4 条に溶出試験の項の追加による改正及び第二部にステアリン酸マグネシウムのほか 2 条に微生物限度の項の追加による改正を含む，第一部にアジマリンのほか 29 条及び第二部に含糖ペプシンほか 7 条の改正並びに第二部にポリビニルピロリドン K 25 のほか 2 条を包括して改正してポビドンの条として追加及び第二部のポビドンの包括に係るポリビニルピロリドン K 25 のほか 2 条の削除の件.

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

（3） 通則中医薬品の容器に係る 5 項目の改正の件.

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

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

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

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

なお，改正の時期は平成 8 年 4 月を目標とすることとされた.

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

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

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

第十二改正日本薬局方施行後，中央薬事審議会は平成 3 年 11 月任期満了に伴う委員の改選を行い，内山充が日本薬局方部会長の任を解かれ，寺尾允男が代わって部会長に互選された．その後も 2 年毎に任期満了に伴う委員の改選が行われ，平成 5 年 11 月の改選で寺尾允男が日本薬局方部会長の任を解かれ，内山充が代わって部会長に互選され，平成 7 年 11 月の改選で引き続き内山充が部会長に互選され，部会長の任に当たった.

第十三改正日本薬局方における改正の結果，第十三改正日本薬局方第一部には，824 品を収載した．このうち第十二改正日本薬

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

医薬品各条以外の条において改正及び追加されたものは次のとおりである．

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

（2） 製剤総則中，カプセル剤の項ほか 2 項目の改正の件．

（3） 生薬総則中生薬総則の適用範囲の項ほか 2 項目の改正の件．

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

第十三改正日本薬局方の調査改正に従事した者は，次のとおりである．

中央薬事審議会日本薬局方部会及び日本薬局方調査会

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

◎日本薬局方部会長　○日本薬局方部会長代理

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

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

（1） 第一部に 2 品の追加の件．第二部に 1 品の追加の件．

（2） 第一部に 29 品の改正及び第二部に 36 品の改正の件．

（3） 通則中，直接の容器又は直接の被包に記載する規定の項の改正の件．

（4） 製剤総則中，製剤通則の項ほか 24 項目の改正，硬膏剤 1 項目の削除の件．

（5） 一般試験法中ふるいわけ法の項のほか 4 項目の追加，吸光度測定法の項のほか 5 項目の改正の件．

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

（1） 第一部に 25 品の追加，12 品の削除の件．第二部に 1 品の削除の件．

（2） 第一部に 93 品の改正及び第二部に 36 品の改正の件．

（3） 通則中，出荷時の試験の省略に関する規定の項の追加の件．

（4） 製剤総則中，顆粒剤の項ほか 6 項目の改正の件．

（5） 一般試験法中，エンドトキシン試験法の項のほか 8 項目の改正，ふるい分け法の項の削除の件．

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

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

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

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

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

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

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

医薬品各条以外の条において改正及び追加されたものは次のとおりである．

（1） 通則中，医薬品各条の試験において「別に規定する」とあり，日本薬局方にその規定が定められていない場合の取扱いの項の追加，原子量表の改正ほか 5 項目の改正の件．

（2） 製剤総則中，製剤通則の項のほか 1 項目の改正の件．

（3） 一般試験法中，抗生物質の微生物学的力価試験法の項のほか 1 項目の追加，液体クロマトグラフ法の項のほか 8 項目の改正の件．72 品目の標準品の追加の件．

第十四改正日本薬局方の作成に従事した者は，次のとおりである．

相見則郎	青柳健太郎	青柳伸男	○青山敏信
秋山和幸	有富治郎	有本恵子	石川達也
石関忠一	石橋襄一	石橋無味雄	石原行雄

板井　茂　一瀬充範　伊藤　喬　伊藤裕二
乾　賢一　井上顕信　井上　昇　今井文人
今成登志男　岩上正蔵　上原至雅　内田恵理子
◎内山　充　大内　正　大久保恒夫　大谷正一
大塚雅巳　大坪徹也　大野　勝　大野泰雄
大本敏昭　岡田敏史　岡田　稔　緒方宏泰
小川義之　荻野　尚　奥田秀毅　小田容三
甲斐明美　加藤三典　加藤喜昭　香取典子
鹿庭なほ子　神谷庄造　唐木英明　川嵜敏祐
川崎浩之進　川島嘉明　川西　徹　川西利昭
菅家甫子　木嶋敬二　木下俊夫　木全心一
清原孝雄　楠　文代　国定孝夫　熊倉秀樹
倉重満雄　倉田　毅　黒川雄二　合田幸広
小久保宏恭　小清水敏昌　小島章生　小嶋茂雄
小長谷昌功　近藤誠三　齋藤　洋　酒井喜代志
相楽和彦　佐々木次雄　佐竹元吉　重実桂助
柴川雅彦　嶋田康男　清水袈裟光　清水孝雄
清水直樹　白井國雄　志村恭子　首藤紘一
新長文敏　末吉祥子　○杉原正泰　杉本圭一
鈴木専二　鈴木徳治　鈴木英世　砂田久一
関川富士夫　関田節子　滝谷昭司　武田明治
○武田　寧　田中　彰　田中俊弘　田渕幸男
棚元憲一　谷本　剛　檀浦國夫　茅野文利
柘植英哉　綱川延孝　津曲喜雍　手島邦和
◎寺尾允男　寺嶋広司　寺林　進　外岡弘道
徳永　徹　富岡　清　冨澤　達　富田基郎
朝長文彌　豊島　聰　永井吉澄　中川照眞
中川知秀　中澤裕之　中島恵美　中舘正弘
中西昭雄　中野達也　中村晃忠　中村　洋
中村幹雄　西島功二　西島基弘　西山辰美
野方良彦　延原正弘　長谷川紘司　長谷川隆一
羽根一輝　早川順子　早川堯夫　林　正弘
東　敏郎　疋田興造　人見信之　平賀敬夫
平山総良　藤田邦弘　藤田昌彦　藤森貞吉
藤原　博　星　登　星野邦夫　堀内幸生
米谷民雄　前田昌子　牧田浩和　政岡俊夫
松尾賢明　松木　滋　松木則夫　松倉　迅
松田芳久　松原俊彦　真弓忠範　水柿道直
水野睦郎　三瀬勝利　南　茂　箕浦修介
宮田直樹　三輪　昭　武藤泰明　村木　繁
森　美和子　森川　馨　森田　收　森次保雄
森本和滋　森本雍憲　八木澤守正　矢島毅彦
安田　勉　山口照英　山崎憲一　山崎　壮
山本啓一　山本恵一　山本恵司　山本皓一
吉岡澄江　吉川一正　吉田仁夫　吉野　節
義平邦利　米田該典　米村嘉郎　和田　稔

◎日本薬局方部会長　○日本薬局方部会長代理

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

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

（1） 通則中，動物由来の原料に関する規定の項の追加の件．

（2） 第一部医薬品のうち 1 品目の削除の件．

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

（1） 通則中，単位に関する規定の項のほか 1 項目の改正の件．

（2） 製剤総則中，注射剤の項の改正の件．

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

（4） 第一部に 31 品の追加の件，第二部に 15 品の追加の件．

（5） 第一部に 163 品の改正の件，第二部に 46 品の改正の件．

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

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

（2） 第一部に 27 品の追加の件，第二部に 12 品の追加の件．

（3） 第一部に 53 品の改正の件，第二部に 22 品の改正の件．

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

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

（2） 製剤総則中，注射剤の項の改正の件．

（3） 一般試験法中，注射剤の採取容量試験法の項の追加の件．

（4） 第一部に 7 品の改正の件．

ま え が き

第十四改正日本薬局方は平成 13 年 3 月 30 日厚生労働省告示第 111 号をもって公布された．

その後，近年の医学・薬学の進歩に対応するため，日本薬局方調査会は引き続き審議を行い，平成 13 年 11 月に日本薬局方部会を開催し，審議の結果，日本薬局方の性格と役割，作成方針，基本方針達成のための第十五改正に向けての具体的な方策，施行時期，日本薬局方調査会の組織に関する事項を内容とする作成基本方針を決定した．

日本薬局方の作成方針として，保健医療上重要な医薬品の全面的収載による充実化，必要に応じた速やかな部分改正及びそれによる行政の円滑な運用，国際調和の推進，日本薬局方改正に係る透明性の確保及び日本薬局方の普及，最新の分析法の積極的導入及び標準品の整備等の促進の「5 本の柱」が打ち立てられた．この基本的考えに立って，関係部局等の理解と協力を得つつ，各般の施策を講じ，広く保健医療の場において，日本薬局方が有効に活用されうるものとなるよう努めることとされた．

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

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

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

また，収載意義及び基準の明確化等具体的な収載規則を検討することとされ，平成 14 年 12 月の薬事・食品衛生審議会答申「今後の日本薬局方のあり方について」において日本薬局方収載規則が示された．

なお，第十五改正の時期は平成 18 年 4 月を目標とすることとされた．

日本薬局方調査会の組織は，当初，総合委員会，収載品目委員会，医薬品名称調査会局方名称分科会，医薬品添加物調査会，第一化学薬品委員会，第二化学薬品委員会，生物薬品委員会，生物試験法委員会，理化学試験法委員会，物性試験法委員会，製剤委員会及び生薬等委員会の 12 委員会と，総合第一小委員会及び生薬等第一小委員会の 2 小委員会で構成されていた．その後，平成 13 年 11 月の薬事・食品衛生審議会答申を受け審議組織の改編がなされ，総合委員会，医薬品名称調査会，医薬品添加物調査会，理化学試験法委員会，化学薬品委員会，生物薬品委員会，生物試験法委員会，抗生物質委員会，生薬等委員会，総合小委員会及び PDG 関連調整会議の 11 の委員会等とされた．その後，製薬用水委員会及び日局標準品委員会が新たにもうけられた．その他，医薬品各条審議推進のため化学薬品委員会の下に，3 つのワーキンググループを設置した．

日本薬局方部会長については，平成 13 年 1 月から平成 14 年 12 月まで内山充が，平成 15 年 1 月から平成 15 年 6 月まで寺尾允男が，平成 15 年 7 月から平成 18 年 3 月まで早川堯夫が，その任に当たった．

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

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

審議事項のうち，通則に医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは，別に規定する場合を除き，当該動物は，原則として，健康なものでなければならないとする旨の規定の追加及び第一部医薬品各条よりフェナセチンを削除することについて，平成 13 年 11 月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年 12 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された．

この一部改正は，平成 14 年 3 月 29 日厚生労働省告示第 151 号をもって公布，施行された．

その後，日本薬局方調査会は引き続き審議を行い，審議事項のうち，通則，製剤総則，生薬総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成 12 年 6 月から平成 14 年 2 月までの期間に，調査会審議終了分を第十四改正日本薬局方の一部改正としてとりまとめることとし，この一部改正の調査会原案は平成 14 年 9 月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年 12 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された．

この一部改正は，平成 14 年 12 月 27 日厚生労働省告示第 395 号をもって公布，施行され，「第十四改正日本薬局方第一追補」と称することとされた．

この期間に日本薬局方調査会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会 6 回，収載品目委員会 2 回，医薬品名称調査会局方名称分科会 11 回，医薬品添加物調査会 10 回，第一化学薬品委員会 10 回，第二化学薬品委員会 16 回，生物薬品委員会 8 回，生物試験法委員会 9 回，理化学試験法委員会 8 回，物性試験法委員会 8 回，製剤委員会 5 回，生薬等委員会 6 回，総合

第一小委員会 27 回，生薬等第一小委員会 7 回である．また，審議組織の改編に伴い新設された委員会の開催回数は，医薬品名称調査会 2 回，理化学試験法委員会 1 回，生薬等委員会 3 回，総合小委員会 1 回である．

この一部改正の結果，第十四改正日本薬局方第一部の収載は 881 品目となった．このうち一部改正により新たに収載したものが 31 品，削除した品目は 8 品である．また，第二部の収載品は 481 品目となった．このうち一部改正により新たに収載したものが 15 品，削除した品目は 3 品である．なお，この一部改正の原案作成に当たっては，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京医薬品工業協会技術委員会，東京生薬協会，日本医薬品添加剤協会，日本漢方生薬製剤協会，日本抗生物質学術協議会，日本香料工業会，日本生薬連合会，日本製薬工業協会，日本病院薬剤師会，日本薬剤師会，日本植物油協会等の協力を得た．

その後，日本薬局方調査会は引き続き審議を行い，審議事項のうち，生薬総則，一般試験法及び医薬品各条については，平成 14 年 3 月から平成 15 年 12 月までの期間に，調査会審議終了分を第十四改正日本薬局方の一部改正としてとりまとめることとし，この一部改正の調査会原案は平成 16 年 9 月に日本薬局方部会で審議のうえ，同年 12 月に薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された．

この一部改正は，平成 16 年 12 月 28 日厚生労働省告示第 461 号をもって公布，施行され，「第十四改正日本薬局方第二追補」と称することとされた．

この期間に日本薬局方調査会の改正原案作成のために開催した委員会の回数は，総合委員会 9 回，医薬品名称調査会 10 回，医薬品添加物調査会 11 回，理化学試験法委員会 30 回，化学薬品委員会 24 回（ワーキンググループを含む.),生物薬品委員会 11 回,生物試験法委員会 10 回，抗生物質委員会 19 回，生薬等委員会 19 回，総合小委員会 12 回，PDG 関連調整会議 9 回，製薬用水委員会 2 回，日局標準品委員会 3 回である．

この一部改正の結果，第十四改正日本薬局方第一部の収載は 907 品となった．このうち一部改正により新たに収載したものが 27 品，削除した品目は 1 品である．また，第二部の収載品は 484 品となった．このうち一部改正により新たに収載したものが 12 品，削除した品目は 9 品である．なお，この一部改正の原案作成に当たっては，大阪医薬品協会技術研究委員会，東京医薬品工業協会技術委員会，東京生薬協会，日本医薬品添加剤協会，日本漢方生薬製剤協会，日本抗生物質学術協議会，日本香料工業会，日本生薬連合会，日本製薬工業協会，日本病院薬剤師会，日本薬剤師会，日本植物油協会等の協力を得た．

その後，日本薬局方調査会は引き続き審議を行い，審議事項のうち，通則に日本薬局方，欧州薬局方，米国薬局方の三薬局方での調和合意に基づき規定した一般試験法等については，それぞれの冒頭にその旨を記すとする規定の追加，一般試験法として注射剤の採取容量試験法の追加及びこの試験法の追加に伴い，製剤総則並びに医薬品各条の改正を行うことについて，平成 17 年 6 月に日本薬局方部会で審議のうえ，薬事・食品衛生審議会に上程され，報告された後，厚生労働大臣に答申された．

この一部改正は，平成 17 年 7 月 21 日厚生労働省告示第 344 号をもって公布，施行された．

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

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

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

この改正の結果，第十五改正日本薬局方の収載は 1483 品目となった．このうち改正により新たに収載したものが 102 品，削除した品目は 8 品である．

本改正の記載法の原則と改正の要旨は次のとおりである．

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

2．薬品名，試薬名は原則として常用漢字及びかたかな書きとした．

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

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

5．医薬品各条中の記載順序は，次によったが，必要のない項目は除いてある．

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

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

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

7．確認試験の記載の順序は，原則として次によった．

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

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

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

9．薬事法が改正され日本薬局方における構成にかかる規定が削除されたことに伴い，医薬品各条の構成について新たに通則中にて規定した．

10．通則中，改正したものは次のとおりである．

（1）通則5の項において，適否の判定基準として，性状の項の取扱いを整理した．
（2）通則8の項において，日本薬局方に用いる原子量表を2004年のものに改めた．
（3）通則15の項において，試験又は貯蔵に用いる温度は原則として数値で記載する規定を追加した．
（4）通則38，39及び40の項において密閉容器，気密容器，密封容器の表記を整備した．
（5）その他記載の整備を行った．（記載番号の変更等）

11．製剤総則中，改正した項目は次のとおりである．

（1）製剤通則
（2）エキス剤
（3）カプセル剤
（4）経皮吸収型製剤（新規に追加）
（5）錠剤
（6）注射剤
（7）貼付剤
（8）その他記載の整備を行った

12．生薬総則中，4及び5の項において生薬の適否の判定基準に関する規定を改定した．

13．一般試験法中，質量偏差試験法と含量均一性試験法を合わせ，製剤均一性試験法と改めた．

14．一般試験法中，改正した試験法は次のとおりである．

（1）アンモニウム試験法
（2）強熱残分試験法
（3）抗生物質の微生物学的力価試験法
（4）生薬試験法
（5）生薬の微生物限度試験法
（6）注射剤の不溶性微粒子試験法
（7）ヒ素試験法
（8）比表面積測定法
（9）沸点測定法及び蒸留試験法
（10）プラスチック製医薬品容器試験法
（11）粉体粒度測定法
（12）崩壊試験法
（13）融点測定法
（14）溶出試験法

15. 一般試験法中，削除した試験法は次のとおりである．

（1）エタノール中の揮発性混在物試験法
（2）吸光度比法
（3）メトキシル基定量法
（4）ろ紙クロマトグラフ法

16. 一般試験法中，新たに追加した標準品は次のとおりである．

（1）イコサペント酸エチル標準品
（2）イソフルラン標準品
（3）インターロイキン－2標準品
（4）オキシトシン標準品
（5）ギンセノシド Rb_1 標準品
（6）ギンセノシド Rg_1 標準品
（7）ゴナドレリン酢酸塩標準品
（8）シロスタゾール標準品
（9）ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品
（10）バソプレシン標準品
（11）フィトナジオン標準品
（12）プラバスタチン 1,1,3,3－テトラブチルアンモニウム標準品
（13）低分子量ヘパリン標準品
（14）メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品
（15）融点標準品（アセトアニリド）
（16）融点標準品（アセトフェネチジン）
（17）融点標準品（カフェイン）
（18）融点標準品（スルファニルアミド）
（19）融点標準品（スルファピリジン）
（20）融点標準品（ワニリン）
（21）リトドリン塩酸塩標準品
（22）リマプロスト標準品
（23）ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品
（24）ワルファリンカリウム標準品

17. 一般試験法中，削除した標準品は次のとおりである．

（1）ベンジルペニシリンナトリウム
（2）脳下垂体後葉
（3）セファマンドールナトリウム
（4）セファロリジン
（5）セフォキシチン
（6）セフラジン
（7）塩酸セフェタメト　ピボキシル
（8）硫酸セフォセリス
（9）チカルシリンナトリウム
（10）セクレチン

18. 医薬品の英名及びラテン名は，原則として国際一般的名称に準拠した．また，化学名は国際純正応用化学連合（IUPAC）の規定に準拠した．

19. 有機化合物の分子式の元素の記載順序は，C，H の順とし，次いでそれ以外の元素記号をアルファベット順に配列した．

20. 医薬品の構造式は，できるだけ立体配位を勘案して記載した．

21. 医薬品各条の試験方法は，原薬とその製剤の間以外の準用は避けた．

22. 医薬品各条中，新たに収載した品目は次のとおりである．

（1）L-アスパラギン酸
（2）アテノロール
（3）アムホテリシン B 錠
（4）アムホテリシン B シロップ
（5）注射用アムホテリシン B
（6）アラセプリル
（7）アラセプリル錠
（8）L-アルギニン
（9）アルベカシン硫酸塩注射液
（10）イコサペント酸エチル
（11）イソフルラン
（12）注射用イダルビシン塩酸塩
（13）注射用イミペネム･シラスタチンナトリウム
（14）ウラピジル
（15）エチドロン酸二ナトリウム
（16）エチドロン酸二ナトリウム錠
（17）エトドラク
（18）クラリスロマイシン錠
（19）クリンダマイシン塩酸塩カプセル
（20）クロスカルメロースナトリウム
（21）ケノデオキシコール酸
（22）ゴナドレリン酢酸塩
（23）サッカリン
（24）ザルトプロフェン
（25）ザルトプロフェン錠
（26）シラスタチンナトリウム
（27）シロスタゾール
（28）シロスタゾール錠
（29）スルピリドカプセル
（30）スルピリド錠
（31）ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン
（32）セファクロルカプセル
（33）セファクロル複合顆粒
（34）セファクロル細粒
（35）注射用セフォゾプラン塩酸塩
（36）注射用セフォチアム塩酸塩
（37）セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒
（38）セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠
（39）セフジトレン　ピボキシル細粒
（40）セフジトレン　ピボキシル錠
（41）セフジニルカプセル
（42）セフジニル細粒
（43）セフテラム　ピボキシル細粒
（44）セルモロイキン（遺伝子組換え）
（45）タウリン
（46）タムスロシン塩酸塩
（47）チモロールマレイン酸塩
（48）テセロイキン（遺伝子組換え）
（49）注射用テセロイキン（遺伝子組換え）
（50）ドキシフルリジン
（51）ドキシフルリジンカプセル
（52）トリメタジジン塩酸塩錠
（53）ニセルゴリン
（54）ニセルゴリン散
（55）ニセルゴリン錠
（56）ニトレンジピン
（57）ニトレンジピン錠
（58）パルナパリンナトリウム
（59）ハロペリドール錠
（60）注射用バンコマイシン塩酸塩
（61）注射用ピペラシリンナトリウム
（62）ファロペネムナトリウム錠
（63）シロップ用ファロペネムナトリウム
（64）ブシラミン
（65）プラバスタチンナトリウム
（66）プルラン
（67）プロプラノロール塩酸塩錠
（68）ベザフィブラート
（69）ベザフィブラート徐放錠
（70）ベタヒスチンメシル酸塩錠
（71）ベタメタゾン錠
（72）ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム
（73）ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩軟膏
（74）ベラパミル塩酸塩錠
（75）ボグリボース
（76）ボグリボース錠
（77）注射用ホスホマイシンナトリウム
（78）メトプロロール酒石酸塩
（79）メトプロロール酒石酸塩錠
（80）メトホルミン塩酸塩
（81）メトホルミン塩酸塩錠

(82) メトロニダゾール錠
(83) メフロキン塩酸塩
(84) リシノプリル水和物
(85) リシノプリル錠
(86) リトドリン塩酸塩
(87) リトドリン塩酸塩錠
(88) リファンピシンカプセル
(89) リマプロスト　アルファデクス
(90) ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩
(91) ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル
(92) オウセイ
(93) 葛根湯エキス
(94) 加味逍遙散エキス
(95) 柴苓湯エキス
(96) シゴカ
(97) 大黄甘草湯エキス
(98) トウガシ
(99) ヘンズ
(100) 補中益気湯エキス
(101) 苓桂朮甘湯エキス
(102) レンニク

23. 医薬品各条中，改正した品目は次のとおりである．

(1) アクチノマイシン D
(2) アクラルビシン塩酸塩
(3) アクリノール水和物
(4) アズトレオナム
(5) アストロマイシン硫酸塩
(6) アスポキシシリン水和物
(7) アミカシン硫酸塩
(8) アムホテリシン B
(9) アモキシシリン水和物
(10) L-アルギニン塩酸塩
(11) アルプロスタジル　アルファデクス
(12) アルベカシン硫酸塩
(13) 無水アンピシリン
(14) アンピシリン水和物
(15) アンピシリンナトリウム
(16) イセパマイシン硫酸塩
(17) イソフェンインスリン水性懸濁注射液
(18) イダルビシン塩酸塩
(19) イミペネム水和物
(20) インスリン
(21) インスリン注射液
(22) インスリン亜鉛水性懸濁注射液
(23) 結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液
(24) 無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液
(25) エタノール
(26) 無水エタノール
(27) 消毒用エタノール
(28) エチレフリン塩酸塩
(29) エピルビシン塩酸塩
(30) エリスロマイシン
(31) エリスロマイシンエチルコハク酸エステル
(32) エリスロマイシンステアリン酸塩
(33) エリスロマイシンラクトビオン酸塩
(34) エンビオマイシン硫酸塩
(35) エンフルラン
(36) オキシテトラサイクリン塩酸塩
(37) オキシトシン
(38) オキシトシン注射液
(39) カナマイシン一硫酸塩
(40) カナマイシン硫酸塩
(41) L-カルボシステイン
(42) カルモナムナトリウム
(43) キタサマイシン
(44) キタサマイシン酢酸エステル
(45) キタサマイシン酒石酸塩
(46) クエン酸水和物
(47) 無水クエン酸
(48) クエン酸ナトリウム水和物
(49) クラブラン酸カリウム
(50) グリセオフルビン
(51) クリンダマイシン塩酸塩
(52) クリンダマイシンリン酸エステル
(53) グルコン酸カルシウム水和物
(54) クロキサシリンナトリウム水和物
(55) クロラムフェニコール
(56) クロラムフェニコールパルミチン酸エステル
(57) クロルフェニラミンマレイン酸塩
(58) クロルフェニラミンマレイン酸塩散
(59) クロルフェニラミンマレイン酸塩錠
(60) クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液
(61) *d*-クロルフェニラミンマレイン酸塩
(62) クロルプロマジン塩酸塩錠
(63) ケトプロフェン
(64) ゲンタマイシン硫酸塩
(65) コムギデンプン
(66) コリスチン硫酸塩
(67) コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム
(68) コルチゾン酢酸エステル
(69) サイクロセリン
(70) サッカリンナトリウム水和物
(71) サントニン
(72) シアナミド
(73) シアノコバラミン
(74) シアノコバラミン注射液
(75) シクラシリン
(76) ジクロキサシリンナトリウム水和物
(77) シソマイシン硫酸塩
(78) シッカニン
(79) ジノスタチン　スチマラマー
(80) ジベカシン硫酸塩
(81) ジメルカプロール
(82) ジメルカプロール注射液
(83) ジョサマイシン
(84) ジョサマイシンプロピオン酸エステル
(85) 常水
(86) 精製水
(87) 滅菌精製水
(88) 注射用水
(89) ストレプトマイシン硫酸塩
(90) スピラマイシン酢酸エステル
(91) スペクチノマイシン塩酸塩水和物
(92) スルピリド
(93) スルベニシリンナトリウム
(94) セファクロル
(95) セファゾリンナトリウム
(96) セファゾリンナトリウム水和物
(97) セファトリジンプロピレングリコール
(98) セファドロキシル
(99) セファロチンナトリウム
(100) セフィキシム
(101) セフェピム塩酸塩水和物
(102) セフォゾプラン塩酸塩
(103) セフォチアム塩酸塩
(104) セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩
(105) セフォテタン
(106) セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物
(107) セフジトレン　ピボキシル
(108) セフジニル
(109) セフスロジンナトリウム
(110) セフタジジム水和物
(111) セフチゾキシムナトリウム
(112) セフチブテン水和物
(113) セフトリアキソンナトリウム水和物
(114) セフピラミドナトリウム
(115) セフポドキシム　プロキセチル
(116) セフミノクスナトリウム水和物
(117) セフメタゾールナトリウム

(118) セフメノキシム塩酸塩
(119) セフロキサジン水和物
(120) セフロキシム　アキセチル
(121) 結晶セルロース
(122) 粉末セルロース
(123) ダウノルビシン塩酸塩
(124) タランピシリン塩酸塩
(125) タンニン酸ベルベリン
(126) テイコプラニン
(127) デキサメタゾン
(128) テトラサイクリン塩酸塩
(129) デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩
(130) トウモロコシデンプン
(131) ドキシサイクリン塩酸塩水和物
(132) ドキソルビシン塩酸塩
(133) トブラマイシン
(134) トラネキサム酸カプセル
(135) トラネキサム酸錠
(136) トリコマイシン
(137) トリメタジジン塩酸塩
(138) ナイスタチン
(139) ナリジクス酸
(140) ニコチン酸アミド
(141) 無水乳糖
(142) 乳糖水和物
(143) ネチルマイシン硫酸塩
(144) バシトラシン
(145) バソプレシン注射液
(146) パニペネム
(147) パラアミノサリチル酸カルシウム水和物
(148) パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒
(149) パラオキシ安息香酸エチル
(150) パラオキシ安息香酸ブチル
(151) パラオキシ安息香酸プロピル
(152) パラオキシ安息香酸メチル
(153) ハロペリドール
(154) バレイショデンプン
(155) バンコマイシン塩酸塩
(156) ヒトインスリン（遺伝子組換え）
(157) ピブメシリナム塩酸塩
(158) ピマリシン
(159) ピラルビシン
(160) ピロールニトリン
(161) ファモチジン散
(162) ファモチジン錠
(163) ファロペネムナトリウム水和物
(164) フィトナジオン
(165) フェネチシリンカリウム
(166) フシジン酸ナトリウム
(167) ブドウ酒
(168) フラジオマイシン硫酸塩
(169) ブレオマイシン塩酸塩
(170) ブレオマイシン硫酸塩
(171) プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液
(172) プロプラノロール塩酸塩
(173) フロプロピオンカプセル
(174) ブロマゼパム
(175) フロモキセフナトリウム
(176) ベカナマイシン硫酸塩
(177) ベタネコール塩化物
(178) ベタヒスチンメシル酸塩
(179) ベタメタゾン
(180) ベニジピン塩酸塩錠
(181) ペプロマイシン硫酸塩
(182) ベンジルアルコール
(183) ベンジルペニシリンカリウム
(184) ホスホマイシンナトリウム
(185) ポビドン
(186) ポリミキシンＢ硫酸塩
(187) マイトマイシンＣ
(188) ミクロノマイシン硫酸塩
(189) ミデカマイシン
(190) ミデカマイシン酢酸エステル
(191) ミノサイクリン塩酸塩
(192) ムピロシンカルシウム水和物
(193) メチルエルゴメトリンマレイン酸塩
(194) メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠
(195) メチルセルロース
(196) メトロニダゾール
(197) メロペネム水和物
(198) ラタモキセフナトリウム
(199) リファンピシン
(200) リボスタマイシン硫酸塩
(201) リンコマイシン塩酸塩水和物
(202) レナンピシリン塩酸塩
(203) ロキシスロマイシン
(204) ロキタマイシン
(205) ワルファリンカリウム
(206) アンモニア・ウイキョウ精
(207) ウイキョウ末
(208) オウギ
(209) オウゴン
(210) オウゴン末
(211) オウバク
(212) オウバク末
(213) オウレン
(214) オウレン末
(215) オンジ
(216) オンジ末
(217) カッコン
(218) カロコン
(219) カンゾウ
(220) カンゾウ末
(221) キキョウ
(222) キキョウ末
(223) ケイヒ
(224) ケイヒ末
(225) コウカ
(226) コウジン
(227) ゴシツ
(228) ゴボウシ
(229) ゴミシ
(230) サイコ
(231) サイシン
(232) サンシシ末
(233) サンシュユ
(234) サンソウニン
(235) ジオウ
(236) シャクヤク
(237) シャクヤク末
(238) シャゼンシ
(239) シュクシャ
(240) シュクシャ末
(241) ショウキョウ
(242) ショウキョウ末
(243) センナ
(244) センナ末
(245) センブリ
(246) ソウジュツ
(247) ソウジュツ末
(248) ソヨウ
(249) ダイオウ
(250) ダイオウ末
(251) タイソウ
(252) タクシャ
(253) タクシャ末
(254) チョウジ
(255) チョウトウコウ
(256) チンピ
(257) トウキ
(258) トウキ末
(259) トウニン末
(260) ニンジン
(261) ニンジン末
(262) バクモンドウ
(263) ハンゲ
(264) ビワヨウ
(265) ブクリョウ
(266) ブクリョウ末
(267) ブシ
(268) ブシ末
(269) ボタンピ
(270) ボタンピ末
(271) マシニン
(272) モクツウ

24. 医薬品各条中，日本名を変更した品目は次のとおりである．

（1）アクラルビシン塩酸塩
（2）アクリノール水和物
（3）アストロマイシン硫酸塩
（4）アスポキシシリン水和物
（5）注射用アセチルコリン塩化物
（6）アセブトロール塩酸塩
（7）アドレナリン
（8）アドレナリン液
（9）アドレナリン注射液
(10) アトロピン硫酸塩水和物
(11) アトロピン硫酸塩注射液
(12) アヘンアルカロイド塩酸塩
(13) アヘンアルカロイド塩酸塩注射液
(14) アマンタジン塩酸塩
(15) アミカシン硫酸塩
(16) アミトリプチリン塩酸塩
(17) アミトリプチリン塩酸塩錠
(18) アミノフィリン水和物
(19) アモキシシリン水和物
(20) アリメマジン酒石酸塩
(21) L–アルギニン塩酸塩
(22) L–アルギニン塩酸塩注射液
(23) アルプレノロール塩酸塩
(24) アルベカシン硫酸塩
(25) アロチノロール塩酸塩
(26) アンピシリン水和物
(27) アンベノニウム塩化物
(28) イセパマイシン硫酸塩
(29) *l*–イソプレナリン塩酸塩
(30) イダルビシン塩酸塩
(31) イフェンプロジル酒石酸塩
(32) イプラトロピウム臭化物水和物
(33) イミプラミン塩酸塩
(34) イミプラミン塩酸塩錠
(35) イミペネム水和物
(36) インデノロール塩酸塩
(37) エコチオパートヨウ化物
(38) エストラジオール安息香酸エステル
(39) エストラジオール安息香酸エステル注射液
(40) エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液
(41) エタンブトール塩酸塩
(42) L－エチルシステイン塩酸塩
(43) エチルモルヒネ塩酸塩水和物
(44) エチレフリン塩酸塩
(45) エチレフリン塩酸塩錠
(46) エデト酸ナトリウム水和物
(47) エドロホニウム塩化物
(48) エドロホニウム塩化物注射液
(49) エノキサシン水和物
(50) エピルビシン塩酸塩
(51) エフェドリン塩酸塩
(52) エフェドリン塩酸塩散 10％
(53) エフェドリン塩酸塩錠
(54) エフェドリン塩酸塩注射液
(55) エペリゾン塩酸塩
(56) エリスロマイシンエチルコハク酸エステル
(57) エリスロマイシンステアリン酸塩
(58) エリスロマイシンラクトビオン酸塩
(59) エルゴタミン酒石酸塩
(60) エルゴメトリンマレイン酸塩
(61) エルゴメトリンマレイン酸塩錠
(62) エルゴメトリンマレイン酸塩注射液
(63) 塩化カルシウム水和物
(64) エンビオマイシン硫酸塩
(65) オキサピウムヨウ化物
(66) オキシコドン塩酸塩水和物
(67) オキシテトラサイクリン塩酸塩
(68) オキシブプロカイン塩酸塩
(69) オクスプレノロール塩酸塩
(70) オルシプレナリン硫酸塩
(71) カイニン酸水和物
(72) カナマイシン一硫酸塩
(73) カナマイシン硫酸塩
(74) カフェイン水和物
(75) ガベキサートメシル酸塩
(76) カモスタットメシル酸塩
(77) カルテオロール塩酸塩
(78) カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物
(79) カルビドパ水和物
(80) キタサマイシン酢酸エステル
(81) キタサマイシン酒石酸塩
(82) キニジン硫酸塩水和物
(83) キニーネエチル炭酸エステル
(84) キニーネ塩酸塩水和物
(85) キニーネ硫酸塩水和物
(86) グアナベンズ酢酸塩
(87) グアネチジン硫酸塩
(88) クエン酸水和物
(89) クエン酸ナトリウム水和物
(90) クリンダマイシン塩酸塩
(91) クリンダマイシンリン酸エステル
(92) グルコン酸カルシウム水和物
(93) クレマスチンフマル酸塩
(94) クロカプラミン塩酸塩水和物
(95) クロキサシリンナトリウム水和物
(96) クロコナゾール塩酸塩
(97) クロニジン塩酸塩
(98) クロフェダノール塩酸塩
(99) クロペラスチン塩酸塩
(100) クロミフェンクエン酸塩
(101) クロミフェンクエン酸塩錠
(102) クロミプラミン塩酸塩
(103) クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム
(104) クロラムフェニコールパルミチン酸エステル
(105) クロルフェニラミンマレイン酸塩
(106) クロルフェニラミンマレイン酸塩散
(107) クロルフェニラミンマレイン酸塩錠
(108) クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液
(109) *d*–クロルフェニラミンマレイン酸塩
(110) クロルフェネシンカルバミン酸エステル
(111) クロルプロマジン塩酸塩
(112) クロルプロマジン塩酸塩錠
(113) クロルプロマジン塩酸塩注射液
(114) クロルヘキシジン塩酸塩
(115) クロルヘキシジングルコン酸塩液
(116) クロルマジノン酢酸エステル
(117) ケタミン塩酸塩
(118) ケトチフェンフマル酸塩
(119) ゲンタマイシン硫酸塩
(120) コカイン塩酸塩
(121) コデインリン酸塩水和物
(122) コデインリン酸塩散 1％
(123) コデインリン酸塩散 10％
(124) コデインリン酸塩錠
(125) コリスチン硫酸塩
(126) コルチゾン酢酸エステル
(127) 酢酸ナトリウム水和物
(128) サッカリンナトリウム水和物
(129) サルブタモール硫酸塩
(130) ジエチルカルバマジンクエン酸塩
(131) ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠
(132) ジクロキサシリンナトリウム水和物
(133) シクロペントラート塩酸塩
(134) シクロホスファミド水和物
(135) ジスチグミン臭化物
(136) ジスチグミン臭化物錠
(137) シソマイシン硫酸塩
(138) ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩

(139) ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩
(140) ジヒドロコデインリン酸塩
(141) ジヒドロコデインリン酸塩散1％
(142) ジヒドロコデインリン酸塩散10％
(143) ジフェニドール塩酸塩
(144) ジフェンヒドラミン塩酸塩
(145) ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散
(146) ジブカイン塩酸塩
(147) シプロヘプタジン塩酸塩水和物
(148) ジベカシン硫酸塩
(149) ジメモルファンリン酸塩
(150) ジョサマイシンプロピオン酸エステル
(151) ジラゼプ塩酸塩水和物
(152) ジルチアゼム塩酸塩
(153) スキサメトニウム塩化物水和物
(154) スキサメトニウム塩化物注射液
(155) 注射用スキサメトニウム塩化物
(156) スクラルファート水和物
(157) スコポラミン臭化水素酸塩水和物
(158) ストレプトマイシン硫酸塩
(159) スピラマイシン酢酸エステル
(160) スペクチノマイシン塩酸塩水和物
(161) スルタミシリントシル酸塩水和物
(162) スルピリン水和物
(163) スルファモノメトキシン水和物
(164) ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン
(165) 注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン
(166) セトラキサート塩酸塩
(167) セフェピム塩酸塩水和物
(168) 注射用セフェピム塩酸塩
(169) セフォゾプラン塩酸塩
(170) セフォチアム塩酸塩
(171) セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩
(172) セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物
(173) セフタジジム水和物
(174) セフチブテン水和物
(175) セフテラム　ピボキシル
(176) セフトリアキソンナトリウム水和物
(177) セフピロム硫酸塩
(178) セフポドキシム　プロキセチル
(179) セフミノクスナトリウム水和物
(180) セフメノキシム塩酸塩
(181) セフロキサジン水和物
(182) セフロキシム　アキセチル
(183) セラセフェート
(184) ソルビタンセスキオレイン酸エステル
(185) ダウノルビシン塩酸塩
(186) タランピシリン塩酸塩
(187) 炭酸ナトリウム水和物
(188) ダントロレンナトリウム水和物
(189) チアミン塩化物塩酸塩
(190) チアミン塩化物塩酸塩散
(191) チアミン塩化物塩酸塩注射液
(192) チアミン硝化物
(193) チアラミド塩酸塩
(194) チアラミド塩酸塩錠
(195) チオリダジン塩酸塩
(196) チオ硫酸ナトリウム水和物
(197) チクロピジン塩酸塩
(198) チザニジン塩酸塩
(199) チペピジンヒベンズ酸塩
(200) チペピジンヒベンズ酸塩錠
(201) チメピジウム臭化物水和物
(202) ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物
(203) ツボクラリン塩化物塩酸塩注射液
(204) ツロブテロール塩酸塩
(205) デキストルメトルファン臭化水素酸塩水和物
(206) テストステロンエナント酸エステル
(207) テストステロンエナント酸エステル注射液
(208) テストステロンプロピオン酸エステル
(209) テストステロンプロピオン酸エステル注射液
(210) テトラカイン塩酸塩
(211) テトラサイクリン塩酸塩
(212) デフェロキサミンメシル酸塩
(213) デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩
(214) テルブタリン硫酸塩
(215) ドキサプラム塩酸塩水和物
(216) ドキシサイクリン塩酸塩水和物
(217) ドキソルビシン塩酸塩
(218) トコフェロールコハク酸エステルカルシウム
(219) トコフェロール酢酸エステル
(220) トコフェロールニコチン酸エステル
(221) トドラジン塩酸塩水和物
(222) ドパミン塩酸塩
(223) ドパミン塩酸塩注射液
(224) ドブタミン塩酸塩
(225) トリヘキシフェニジル塩酸塩
(226) トリヘキシフェニジル塩酸塩錠
(227) トリメタジジン塩酸塩
(228) トリメトキノール塩酸塩水和物
(229) トリメブチンマレイン酸塩
(230) トルペリゾン塩酸塩
(231) ナファゾリン塩酸塩
(232) ナファゾリン硝酸塩
(233) ナロキソン塩酸塩
(234) ニカルジピン塩酸塩
(235) ニカルジピン塩酸塩注射液
(236) 乳酸カルシウム水和物
(237) 乳糖水和物
(238) ネオスチグミンメチル硫酸塩
(239) ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液
(240) ネチルマイシン硫酸塩
(241) ノスカピン塩酸塩水和物
(242) ノルアドレナリン
(243) ノルアドレナリン注射液
(244) ノルトリプチリン塩酸塩
(245) バカンピシリン塩酸塩
(246) パパベリン塩酸塩
(247) パパベリン塩酸塩注射液
(248) バメタン硫酸塩
(249) パラアミノサリチル酸カルシウム水和物
(250) パンクロニウム臭化物
(251) バンコマイシン塩酸塩
(252) ピコスルファートナトリウム水和物
(253) ヒドララジン塩酸塩
(254) ヒドララジン塩酸塩散
(255) ヒドララジン塩酸塩錠
(256) 注射用ヒドララジン塩酸塩
(257) ヒドロキシジン塩酸塩
(258) ヒドロキシジンパモ酸塩
(259) ヒドロキソコバラミン酢酸塩
(260) ヒドロコタルニン塩酸塩水和物
(261) ヒドロコルチゾンコハク酸エステル
(262) ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム
(263) ヒドロコルチゾン酢酸エステル
(264) ヒドロコルチゾン酪酸エステル
(265) ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム
(266) ピブメシリナム塩酸塩
(267) ヒプロメロースフタル酸エステル
(268) ピペミド酸水和物
(269) ピペラジンアジピン酸塩
(270) ピペラジンリン酸塩水和物

(271) ピペラジンリン酸塩錠
(272) ビペリデン塩酸塩
(273) ピランテルパモ酸塩
(274) ピリドキシン塩酸塩
(275) ピリドキシン塩酸塩注射液
(276) ピリドスチグミン臭化物
(277) ピレンゼピン塩酸塩水和物
(278) ピロカルピン塩酸塩
(279) ビンクリスチン硫酸塩
(280) ビンブラスチン硫酸塩
(281) 注射用ビンブラスチン硫酸塩
(282) ファロペネムナトリウム水和物
(283) フェニレフリン塩酸塩
(284) フェンタニルクエン酸塩
(285) ブクモロール塩酸塩
(286) ブチルスコポラミン臭化物
(287) ブトロピウム臭化物
(288) ブナゾシン塩酸塩
(289) ブフェキサマククリーム
(290) ブフェトロール塩酸塩
(291) ブプラノロール塩酸塩
(292) フラジオマイシン硫酸塩
(293) プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物
(294) フラボキサート塩酸塩
(295) フルスルチアミン塩酸塩
(296) フルフェナジンエナント酸エステル
(297) フルラゼパム塩酸塩
(298) ブレオマイシン塩酸塩
(299) ブレオマイシン硫酸塩
(300) プレドニゾロンコハク酸エステル
(301) 注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム
(302) プレドニゾロン酢酸エステル
(303) プロカイン塩酸塩
(304) プロカイン塩酸塩注射液
(305) プロカインアミド塩酸塩
(306) プロカインアミド塩酸塩錠
(307) プロカインアミド塩酸塩注射液
(308) プロカテロール塩酸塩水和物
(309) プロカルバジン塩酸塩
(310) プロクロルペラジンマレイン酸塩
(311) プロクロルペラジンマレイン酸塩錠
(312) プロタミン硫酸塩
(313) プロタミン硫酸塩注射液
(314) プロチレリン酒石酸塩水和物
(315) プロパンテリン臭化物
(316) プロプラノロール塩酸塩
(317) ブロムヘキシン塩酸塩
(318) プロメタジン塩酸塩
(319) ブロモクリプチンメシル酸塩
(320) ブロモバレリル尿素
(321) ベカナマイシン硫酸塩
(322) ベクロメタゾンプロピオン酸エステル
(323) ベタネコール塩化物
(324) ベタヒスチンメシル酸塩
(325) ベタメタゾン吉草酸エステル
(326) ベタメタゾンジプロピオン酸エステル
(327) ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム
(328) ペチジン塩酸塩
(329) ペチジン塩酸塩注射液
(330) ベニジピン塩酸塩
(331) ベニジピン塩酸塩錠
(332) ペプロマイシン硫酸塩
(333) ベラパミル塩酸塩
(334) ペルフェナジンマレイン酸塩
(335) ペルフェナジンマレイン酸塩錠
(336) ベルベリン塩化物水和物
(337) ベンザルコニウム塩化物
(338) 濃ベンザルコニウム塩化物液 50
(339) ベンザルコニウム塩化物液
(340) ベンジルペニシリンベンザチン水和物
(341) ベンゼトニウム塩化物
(342) ベンゼトニウム塩化物液
(343) ベンセラジド塩酸塩
(344) ベントキシベリンクエン酸塩
(345) ペンブトロール硫酸塩
(346) ホスホマイシンカルシウム水和物
(347) ホマトロピン臭化水素酸塩
(348) ホモクロルシクリジン塩酸塩
(349) ポリミキシン B 硫酸塩
(350) ホルモテロールフマル酸塩水和物
(351) マプロチリン塩酸塩
(352) マルトース水和物
(353) ミクロノマイシン硫酸塩
(354) ミコナゾール硝酸塩
(355) ミデカマイシン酢酸エステル
(356) ミノサイクリン塩酸塩
(357) ムピロシンカルシウム水和物
(358) メキシレチン塩酸塩
(359) メクロフェノキサート塩酸塩
(360) メタンフェタミン塩酸塩
(361) *dl*−メチルエフェドリン塩酸塩
(362) *dl*−メチルエフェドリン塩酸塩散 10 %
(363) メチルエルゴメトリンマレイン酸塩
(364) メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠
(365) メチルドパ水和物
(366) メチルプレドニゾロンコハク酸エステル
(367) メチルベナクチジウム臭化物
(368) メチルロザニリン塩化物
(369) メテノロンエナント酸エステル
(370) メテノロンエナント酸エステル注射液
(371) メテノロン酢酸エステル
(372) メピバカイン塩酸塩
(373) メピバカイン塩酸塩注射液
(374) メペンゾラート臭化物
(375) メルカプトプリン水和物
(376) メロペネム水和物
(377) モルヒネ塩酸塩水和物
(378) モルヒネ塩酸塩錠
(379) モルヒネ塩酸塩注射液
(380) ラニチジン塩酸塩
(381) L−リジン塩酸塩
(382) リゾチーム塩酸塩
(383) リボスタマイシン硫酸塩
(384) リボフラビン酪酸エステル
(385) リボフラビンリン酸エステルナトリウム
(386) リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液
(387) 硫酸亜鉛水和物
(388) 硫酸アルミニウムカリウム水和物
(389) 硫酸鉄水和物
(390) 硫酸マグネシウム水和物
(391) リンコマイシン塩酸塩水和物
(392) リン酸水素カルシウム水和物
(393) リン酸水素ナトリウム水和物
(394) リン酸二水素カルシウム水和物
(395) レチノール酢酸エステル
(396) レチノールパルミチン酸エステル
(397) レナンピシリン塩酸塩
(398) レバロルファン酒石酸塩
(399) レバロルファン酒石酸塩注射液
(400) レボチロキシンナトリウム水和物
(401) レボメプロマジンマレイン酸塩
(402) ロキソプロフェンナトリウム水和物

25. 次の左側に掲げる医薬品は，右側に掲げる第十四改正日本薬局方の3品の各条医薬品を包括して改正したものである．なお，この改正により右側に掲げる3品の各条医薬品は削除した．

ヒプロメロース	（1）ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2208
	（2）ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2906
	（3）ヒドロキシプロピルメチルセルロース 2910

26. 医薬品各条中，削除した品目は次のとおりである．

（1） 塩酸セフェタメト　ピボキシル
（2） セクレチン
（3） セファマンドールナトリウム
（4） セファロリジン
（5） セフォキシチンナトリウム
（6） セフラジン
（7） チカルシリンナトリウム
（8） 硫酸セフォセリス

第十五改正日本薬局方の作成に従事した者は，次のとおりである．

相見則郎	青木光夫	阿曽幸男	青貫喜一
○青柳伸男	芦澤一英	麻生伸一郎	荒川宣親
有本恵子	井越伸和	井崎正夫	石橋無味雄
板井茂	市川隆徳	伊豆津健一	伊藤喬
伊藤三男	伊藤裕二	乾賢一	今成登志男
岩上正蔵	上原至雅	内田恵理子	◎内山充
海野隆	梅本和一	江村誠	大内正
大久保恒夫	大谷淑郎	大谷正一	大塚雅巳
大野勝	大野泰雄	岡崎公哉	○岡田敏史
岡田稔	緒方宏泰	小川義之	奥田晴宏
甲斐明美	掛樋一晃	加藤三典	加藤喜昭
香取典子	鹿庭なほ子	神谷庄造	川嵜敏祐
川崎ナナ	川島嘉明	川西徹	川西利昭
川原信夫	菅家甫子	木内文之	木嶋敬二
清原孝雄	楠文代	楠山久美子	熊倉秀樹
倉重満雄	倉田毅	国定孝夫	栗原正明
栗山晴夫	外記義晴	合田幸広	小久江栄一
小久保宏恭	小嶋茂雄	小長谷昌功	小林東洋彦
古林隆司	小松かつ子	小村昭夫	近田俊文
近藤誠三	相楽和彦	佐々木次雄	佐々木秀樹
酒井英二	佐藤明啓	佐藤恭子	坂本知昭
嶋田康男	清水袈裟光	佐竹元吉	首藤紘一
代田修	新長文敏	志村恭子	菅谷真二
鈴木専二	鈴木英世	砂田久一	末吉祥子
関口道子	関田節子	園部尚	高橋良和
竹田忠紘	田中晴雄	田邊豊重	○武田寧
田中俊弘	田渕幸男	棚元憲一	谷本剛
柘植英哉	都司洋介	津曲喜雍	勅使河原正文
寺岡麗子	寺嶋広司	寺林進	手島邦和
◎寺尾允男	冨澤達	富田基郎	徳永祐司
豊岡清	永重裕紹	中島恵美	中野達也
猶塚正明	中澤裕之	中村高敏	中村洋
那須正夫	新見伸吾	西島功二	西島基弘
西山辰美	野本貴史	長谷川紘司	長谷川隆一
波多野理香	花尻瑠理	浜島守男	◎早川堯夫
林正弘	樋口賢治	檜山行雄	平松勝太
平山総良	藤倉茂行	藤田邦弘	藤原博
渕野裕之	船本剛朗	古川明弘	堀田國元
松木滋	米谷民雄	前田昌子	牧田みどり
政岡俊夫	松原俊彦	松木則夫	松倉迅
松田芳久	円山圭一	三上栄一	水柿道直
水田泰一	三瀬勝利	美濃部敏	宮田直樹
宮本公人	室井正志	村井敏美	村木繁
森川馨	森田收	森田隆司	八木澤守正
安原眞人	矢島毅彦	山口照英	山崎憲一
山崎壮	山本恵一	山本恵司	山本藤輔
吉岡澄江	吉川一正	吉田仁夫	余田光
四方田千佳子	渡邉治雄		

◎日本薬局方部会長　○日本薬局方部会長代理

第十五改正
日本薬局方

通　　則

1　この日本薬局方を第十五改正日本薬局方と称し，その略名は「日局十五」,「日局 15」,「JP XV」又は「JP 15」とする．

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

3　日本薬局方の医薬品とは，医薬品各条に規定するものをいう．その名称とは医薬品各条に掲げた日本名又は日本名別名である．ただし，製剤総則散剤の項において細粒と称することができるものは，散を細粒に読みかえることができる．

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

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

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

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

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

8　日本薬局方の医薬品名，又は物質名の次に（　）で分子式又は組成式を付けたものは，化学的純物質を意味する．日本薬局方において用いる原子量は，2004 年国際原子量表による．

また，分子量は，小数第 2 位までとし，第 3 位を四捨五入する．

9　日本薬局方における主な単位については，次の記号を用いる．

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

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

また，w/v% は製剤の処方又は成分などを示す場合に用いる．

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

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

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

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

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

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

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

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

加熱した溶媒又は熱溶媒とは，その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい，加温した溶媒又は温溶媒とは，通例，60 ～ 70 ℃ に熱したものをいう．水浴上又は水浴中で加熱するとは，別に規定するもののほか，沸騰している水浴又は約 100 ℃ の蒸気浴を用いて加熱することである．

通例，冷浸は 15 ～ 25 ℃，温浸は 35 ～ 45 ℃ で行う．

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

17　減圧は，別に規定するもののほか，2.0 kPa 以下とする．

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

19　医薬品の切度及び粉末度の名称は次による．

ふるい番号 （ふるいの呼び寸法）	左のふるいを通ったものの名称
4 号（4750 μm）	粗 切
6.5 号（2800 μm）	中 切
8.6 号（2000 μm）	細 切
18 号（850 μm）	粗 末
50 号（300 μm）	中 末
100 号（150 μm）	細 末
200 号（75 μm）	微 末

20　医薬品の試験に用いる水は，別に規定するもののほか，「精製水」とする．

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

　密閉容器の規定がある場合には，気密容器を用いることができる．

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

気密容器の規定がある場合には，密封容器を用いることができる．

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

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

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

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

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

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

生 薬 総 則

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

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

2　生薬は，通例，全形生薬，切断生薬又は粉末生薬に分けて取り扱う．

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

10　生薬に用いる容器は，別に規定するもののほか，密閉容器とする．

製 剤 総 則

1. 製剤通則

（1） 本通則は，製剤全般に共通する事項を記載する．

（2） 添加剤は，製剤に含まれる有効成分以外の物質で，医薬品の有用性を高める，製剤化を容易にする，品質の安定化を図る，又は外観をよくするためなどの目的で用いられるものである．必要に応じて賦形剤，安定剤，保存剤，緩衝剤，矯味剤，懸濁化剤，乳化剤，着香剤，溶解補助剤，着色剤，粘稠剤などの適切な添加剤を加えることができる．ただし，使用される添加剤はその製剤の投与量において薬理作用を示さず，無害でなければならない．また，添加剤は有効成分の治療効果を妨げ，又は試験に支障をきたすものであってはならない．

（3） 製剤に使用する植物油とは，医薬品各条に収載する植物性脂肪油中，通例，食用に供するものをいう．また，単にデンプンと記載するときは，別に規定するもののほか，医薬品各条に収載する各種デンプンのいずれを用いてもよい．

なお，vol% を規定したエタノールとは，エタノールをとり，精製水又は注射用水を加え，規定の vol% に調整したものである．

（4） 製剤は，薬効の発現時間の調節や副作用の低減を図る目的で，その製剤中の有効成分の生体内への移行を調節するために，製剤に対して放出速度を調節する機能を付与することができる．ただし，放出速度を調節した製剤は，別に規定するもののほか，該当する製剤の溶出性などの放出特性を示す試験に適合する．

また，放出速度を調節した製剤に添付する文書及びその直接の容器又は直接の被包に，別に規定するもののほか，各条に規定する製剤に付与した放出速度を調節する機能に対応した記載を行う．

（5） 経口製剤には，放出性から即放性製剤と放出調節製剤がある．即放性製剤は，製剤からの有効成分の放出性を特に調節していない製剤で，通例，有効成分の物性に応じた溶出挙動を示す．放出調節製剤は，固有の製剤設計及び製法により放出性を合目的に変えた製剤で，腸溶性製剤，徐放性製剤などが含まれる．腸溶性製剤は，有効成分の胃内での分解を防ぐため，又は有効成分の胃に対する刺激作用を低減させるなどの目的で，有効成分を胃内で放出せず，主として小腸内で放出するよう設計された製剤で，通例，腸溶性基剤を用いて腸溶性皮膜を施し製する．徐放性製剤は，投与回数の減少又は副作用の低減を図るなどの目的で，製剤からの有効成分の放出速度，放出時間，放出部位を調節した製剤で，通例，適切な徐放化剤を用いて製する．

経口製剤のうち，カプセル剤，錠剤，散剤，顆粒剤及び丸剤などでは，服用を容易にする，又は有効成分の分解を防ぐなどの目的で，糖類又は糖アルコール類，高分子物質など適切なコーティング剤で剤皮を施すことができる．

（6） 製造工程のバリデーション及び適切な工程管理とその記録の照査により，高度な水準での無菌性が恒常的に保証される場合には，出荷時の試験において，無菌試験を省略することができる（パラメトリック・リリース）．

（7） 製剤は，別に規定するもののほか，室温で保存する．

2. エアゾール剤
Aerosols

（1） エアゾール剤は，医薬品の溶液，懸濁液などを，同一容器又は別の容器に充てんした液化ガス又は圧縮ガスの圧力により，用時噴出して用いるように製したものである．

本剤は，外用塗布，空間噴霧，吸入，内服などの目的に用いられ，噴出形態にはこれらの目的に応じて霧状，粉末状，泡沫状，ペースト状などがある．

（2） 本剤に用いる容器は，密封容器とする．

3. 液剤
Liquids and Solutions

（1） 液剤は，液状の内用剤又は外用剤で，製剤総則中の他の製剤各条に該当しないものをいう．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分をそのまま用いるか又は溶剤に溶解する．

（3） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

4. エキス剤
Extracts

（1） エキス剤は，生薬の浸出液を濃縮して製したもので，次の 2 種類がある．

（i） 軟エキス剤

（ii） 乾燥エキス剤

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，次の方法による．

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

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

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

（3） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

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

なお，検液及び比較液の調製法は次による．

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

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

（5） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

5. エリキシル剤
Elixirs

（1） エリキシル剤は，通例，甘味及び芳香のあるエタノールを含む澄明な液状の内用剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，医薬品又はその浸出液にエタノール，精製水，着香剤及び白糖，そのほかの糖類又は甘味剤を加えて溶かし，ろ過又はそのほかの方法によって澄明な液とする．

（3） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

6. カプセル剤
Capsules

（1） カプセル剤は，医薬品を液状，懸濁状，半固形状，粉末状，顆粒状，若しくは成型物などの形でカプセルに充てんするか，又はカプセル基剤で被包成型して製したもので，次の 2 種類がある．

（i） 硬カプセル剤

（ii） 軟カプセル剤

（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．

（i） 硬カプセル剤は，カプセルに有効成分をそのまま若しくは有効成分に適切な賦形剤などの添加剤を混和して均質としたもの，又は適切な方法で粒状若しくは成型物としたものを，そのまま又は軽く成型して充てんする．徐放化又は腸溶化したものを，充てんすることもできる．また，カプセル基剤の構成成分を変える，又はカプセルに適切な剤皮を施すことにより，徐放性カプセル剤又は腸溶性カプセル剤とすることもできる．

（ii） 軟カプセル剤は，有効成分をそのまま又は有効成分に適切な賦形剤などを加えたものを，ゼラチンなどの適切なカプセル基剤にグリセリン又はソルビトールなどを加えて塑性を増し，一定の形状に被包成型する．必要に応じてカプセル基剤に着色剤，保存剤などを加えることができる．また，カプセル基剤の構成成分を変える，又はカプセルに適切な剤皮を施すことにより，徐放性カプセル剤又は腸溶性カプセル剤とすることもできる．

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

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

（5） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

7. 顆粒剤
Granules

（1） 顆粒剤は，医薬品を粒状に製したものである．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤若しくはそのほかの適切な添加剤を加えて混和して均質とした後，適切な方法で粒状とし，粒子のそろったものとする．更に，適切な方法により，徐放性顆粒又は腸溶性顆粒とすることもできる．

（3） 本剤は，製剤の粒度の試験〈*6.03*〉を行うとき，10 号（1700 μm）ふるいを全量通過し，12 号（1400 μm）ふるいに残留するものは全量の 5 % 以下であり，また，42 号（355 μm）ふるいを通過するものは全量の 15 % 以下である．

（4） 本剤は，別に規定するもののほか，溶出試験法〈*6.10*〉又は崩壊試験法〈*6.09*〉に適合する．ただし，30 号（500 μm）ふるいを用いて製剤の粒度の試験〈*6.03*〉に準じてふるい，30 号ふるいに残留するものが 5 % 以下のものにはこの試験を適用しない．

（5） 本剤の，1 回服用量ずつ包装した形態のもの（分包）は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（6） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

8. 丸剤
Pills

（1） 丸剤は，医薬品を球状として製したものである．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤又はそのほかの適切な添加剤を加えて混和して均質とした後，適切な方法で球状に成型する．

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

（4） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

9. 眼軟膏剤
Ophthalmic Ointments

（1） 眼軟膏剤は，結膜嚢に適用する無菌に製した軟膏剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，ワセリンなどの適切な基剤と医薬品の溶液又は微細な粉末を混和して均質とし，チューブ又はそのほかの気密容器に充てんする．ただし，汚染を防止するために十分に注意し，操作はできるだけ速やかに行う．

（3） 本剤に含まれる医薬品粒子の大きさは，通例，75 μm 以下である．

（4） 本剤は，別に規定するもののほか，無菌試験法〈*4.06*〉に適合する．ただし，別に規定するもののほか，メンブラン

フィルター法により試験を行う．

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

それぞれの平底ペトリ皿につき，50 μm 以上の金属性異物の数を数えるとき，その合計は 50 個以下で，個々の平底ペトリ皿には 8 個を超えるものが 1 枚以下のときは適合とする．もし，これに適合しないときは，更に 20 個について同様の操作で試験し，30 個について，50 μm 以上の金属性異物の数の合計が 150 個以下で，かつ個々の平底ペトリ皿には 8 個を超えるものが 3 枚以下のときは適合とする．

（6） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

10. 経皮吸収型製剤
Transdermal Systems

（1） 経皮吸収型製剤は，皮膚に適用したとき有効成分が皮膚を通して全身循環血流に送達すべく設計された製剤である．なお，本剤には，有効成分及び添加剤からなる混合物を半固形状とし，支持体に適切な量を移し使用するものも含む．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，水溶性若しくは非水溶性の天然若しくは合成高分子化合物又はこれらの混合物を基剤とし，これに有効成分を溶解又は懸濁した混合物に，必要に応じて，粘着剤，溶剤，吸収促進剤などを加え，支持体又はライナーに展延し成型する．また，有効成分と基剤又は添加剤からなる混合物を放出調節膜及び支持体でできた放出体に封入し成型して製することもある．

（3） 本剤は，別に規定する放出特性を示す試験に適合する．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器又は密閉容器とする．

11. 懸濁剤・乳剤
Suspensions and Emulsions

（1） 懸濁剤及び乳剤は，通例，医薬品を液中に微細に懸濁又は乳化し均質に製した液状の製剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．

懸濁剤：医薬品に懸濁化剤又はそのほかの適切な添加剤と精製水又は油を加え，適切な方法で懸濁し，全体を均質にする．

乳剤：医薬品に乳化剤と精製水を加え，適切な方法で乳化し，全体を均質にする．

変質しやすいものは用時調製する．

（3） 本剤は，必要に応じて用時混和して均質とする．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

12. 坐剤
Suppositories

（1） 坐剤は，通例，医薬品を基剤により一定の形状に成型したもので，肛門又は腟に適用する固形の外用剤である．

本剤は，体温によって溶けるか，軟化するか，又は分泌液で徐々に溶ける．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，油脂性基剤，水溶性基剤又はそのほかの適切な物質を基剤とし，有効成分をそのまま，又は必要に応じて，乳化剤，懸濁化剤などの添加剤を加えて混和して均質とし，これを成型，封入又は適切な剤皮で被包し，適切な形状とする．

（3） 通例，肛門坐剤は円すい形又は紡すい形，腟坐剤は球形又は卵形である．

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

（5） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

13. 散剤
Powders

（1） 散剤は，医薬品を粉末又は微粒状に製したものである．

（2） 本剤を製するには，通例，有効成分をそのまま，又は有効成分に賦形剤，結合剤，崩壊剤若しくはそのほかの適切な添加剤を加え，適切な方法で粉末又は微粒状とする．

（3） 本剤は，製剤の粒度の試験〈6.03〉を行うとき，18 号（850 μm）ふるいを全量通過し，30 号（500 μm）ふるいに残留するものは全量の 5 % 以下である．本剤のうち，200 号（75 μm）ふるいを通過するものが全量の 10 % 以下のものを細粒と称することができる．

（4） 本剤の，1 回服用量ずつ包装した形態のもの（分包）は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈6.02〉に適合する．

（5） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

14. 酒精剤
Spirits

（1） 酒精剤は，通例，揮発性医薬品をエタノール又はエタノールと水の混液で溶かした液状の製剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，医薬品をエタノール又はエタノールと水の混液に溶かす．

（3） 本剤は，火気を避けて保存する．

本剤に用いる容器は，気密容器とする．

15. 錠剤
Tablets

（1） 錠剤は，医薬品を一定の形状に圧縮して製するか，又は溶媒で湿潤させた医薬品の練合物を一定の形状にするか若しくは一定の型に流し込んで成型して製したものである．

また，本剤は，糖類若しくは糖アルコール類を含むコーティング剤で剤皮を施した糖衣錠又は適切なコーティング剤で薄く剤皮を施したフィルムコーティング錠とすることもできる．更に，適切な方法により，徐放錠若しくは腸溶錠とすることもできる．

（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．

（i） 有効成分をそのまま，又は賦形剤，結合剤，崩壊剤若

しくはそのほかの適切な添加剤を加えて混和して均質としたものを，適切な方法で顆粒状とした後，滑沢剤などを加え，圧縮成型する．

（ii） 有効成分をそのまま，又は賦形剤，結合剤，崩壊剤若しくはそのほかの適切な添加剤を加えて混和して均質としたものを，直接圧縮成型して製するか，又はあらかじめ製した顆粒に有効成分をそのまま，若しくは適切な添加剤を加えて混和し均質とした後，圧縮成型して製することがある．

（iii） 有効成分に賦形剤，結合剤又はそのほかの適切な添加剤を加えて混和し均質とし，溶媒で湿潤させた練合物を一定の形状に成型した後，又は練合物を一定の型に流し込んで成型した後，適切な方法で乾燥して製することがある．

（iv） 適切な方法により，組成の異なる粉粒体を層状に積み重ねて圧縮成型した多層錠及び内核錠を組成の異なる外層で覆った有核錠とすることができる．

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

（4） 本剤は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．ただし糖衣錠について適合を求める場合は各条に規定する．

（5） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

16. シロップ剤
Syrups

（1） シロップ剤は，白糖の溶液又は白糖，そのほかの糖類若しくは甘味剤を含む医薬品を比較的濃稠な溶液又は懸濁液などとした液状の内用剤である．

本剤には，医薬品の性質により，用時溶解又は懸濁して用いる製剤もある．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，白糖，そのほかの糖類若しくは甘味剤の溶液又は単シロップに医薬品を加えて溶解，混和，懸濁又は乳化し，必要に応じて混液を煮沸した後，熱時ろ過する．

（3） 本剤の，用時溶解又は懸濁して用いるもので，1 回服用量ずつ包装した形態のもの（分包）は，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

17. 浸剤・煎剤
Infusions and Decoctions

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

（2） 本剤を製するには，通例，生薬を次の大きさとし，その 50 g を量り，浸煎剤器に入れる．

葉，花，全草	粗切
材，茎，皮，根，根茎	中切
種子，果実	細切

浸剤：生薬に精製水 50 mL を加え，約 15 分間潤した後，熱精製水 900 mL を注ぎ，数回かき混ぜながら 5 分間加熱し，冷後，布ごしする．

煎剤：生薬に精製水 950 mL を加え，数回かき混ぜながら 30 分間加熱し，温時，布ごしする．

これらの布ごしした浸出液は，浸剤及び煎剤いずれもその生薬を通して適量の精製水を加え，全量を 1000 mL とする．

本剤は，用時調製する．

（3） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

18. 注射剤
Injections

（1） 注射剤は，皮膚内又は皮膚若しくは粘膜を通して体内に直接適用する医薬品の溶液，懸濁液，乳濁液又は用時溶剤に溶解若しくは懸濁して用いるもので，無菌の製剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，医薬品を溶剤に溶解，懸濁若しくは乳化して一定容量とするか，又は医薬品をとり，注射剤用の容器に密封する．ただし，汚染を防止するために十分に注意し，調製から滅菌に至る操作は，注射剤の組成や貯蔵条件を考慮してできるだけ速やかに行う．その濃度を % で示す場合には w/v% を意味する．

超ろ過で製した注射用水は，あらかじめ加熱により滅菌して用いる．ただし，本剤及び本剤に添付する溶解液を加熱法により滅菌する場合は，この限りではない．

用時溶解又は懸濁して用いる本剤で，その名称中「注射用」の文字を冠するものには，適切な溶解液若しくは懸濁用液を添付することができる．

（3） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付する溶解液は，本剤の使用に際して無害なものでなければならない．また，本剤の治療効果を障害し，又は試験に支障をきたすものであってはならない．

溶剤を分けて次の 2 種類とし，それぞれ次の条件に適合する．

（i） 水性溶剤：水性注射剤の溶剤には，注射用水を用いる．ただし，別に規定するもののほか，生理食塩液，リンゲル液又はそのほかの適切な水性溶液をこれに代用することができる．これらの水性溶剤は，皮内，皮下及び筋肉内投与のみに用いるものを除き，別に規定するもののほか，エンドトキシン試験法〈*4.01*〉に適合する．

エンドトキシン試験法〈*4.01*〉の適用が困難な場合は，発熱性物質試験法〈*4.04*〉を用いることができる．

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

また，そのほかの適切な有機溶剤も非水性溶剤として用いることがある．

（4） 懸濁性注射剤中の粒子は，通例，150 μm 以下とし，乳濁性注射剤中の粒子は，通例，7 μm 以下とする．ただし，通例，懸濁性注射剤は血管内又は脊髄腔内に，また，乳濁性注射剤は脊髄腔内に使用しない．

（5） 本剤には，別に規定するもののほか，着色だけを目的と

する物質を加えてはならない．

（6） 本剤で水性溶剤を使用するものは，別に規定するもののほか，血液又は体液と等張にするため，塩化ナトリウム又はそのほかの適切な添加剤を，また，pH を調節するため，酸又はアルカリを加えることができる．

（7） 本剤で分割使用を目的とするものは，別に規定するもののほか，微生物の発育を阻止するに足りる量の適切な保存剤を加える．

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

エンドトキシン試験法〈*4.01*〉の適用が困難な場合は，発熱性物質試験法〈*4.04*〉を用いることができる．

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

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

(11) 輸液として用いる本剤で，100 mL 以上の注射剤用ガラス容器に用いるゴム栓は，別に規定するもののほか，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉に適合するものを使用する．

(12) 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性異物検査法〈*6.06*〉に適合する．

(13) 本剤は，別に規定するもののほか，注射剤の不溶性微粒子試験法〈*6.07*〉に適合する．

(14) 本剤の薬液は，別に規定するもののほか，注射剤の採取容量試験法〈*6.05*〉に適合する．

(15) 本剤で用時溶解又は懸濁して用いるものは，別に規定するもののほか，製剤均一性試験法〈*6.02*〉に適合する．

(16) 本剤は，これに添付する文書又はその容器若しくは被包に，別に規定するもののほか，次の事項を記載する．

（i） 本剤で溶剤の規定のない場合は，本剤を製する溶剤に注射用水若しくは 0.9 w/v% 以下の塩化ナトリウム液又は pH を調節するための酸若しくはアルカリを用いたときを除き，本剤を製する溶剤の名称．

（ii） 本剤に溶解液を添付したときは，その溶解液の名称，内容量，成分及び分量又は割合．また，その外部容器又は外部被包に溶解液を添付してある旨の記載．

（iii） 本剤に安定剤，保存剤又は賦形剤を加えたときは，その名称及びその分量．

ただし，容器内の空気を二酸化炭素又は窒素で置換したときは，その旨の記載は要しない．

(17) 本剤で 2 mL 以下のアンプル又はこれと同等の大きさの直接の容器若しくは直接の被包に収められたものについては，その名称中の「注射液」,「注射用」又は「水性懸濁注射液」の文字の記載は「注」,「注用」又は「水懸注」の文字の記載をもって代えることができる．

2 mL を超え 10 mL 以下のアンプル又はこれと同等の大きさのガラスその他これに類する材質からなる直接の容器で，その記載がその容器に直接印刷されているものに収められた本剤についても，同様に記載を省略することができる．

(18) 本剤に用いる容器は，密封容器とする．ただし，別に規定する場合は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

19. 貼付剤
Plasters and Pressure Sensitive Adhesives Tapes

（1） 貼付剤は，通例，布又はプラスチック製フィルムなどに有効成分と基剤又は添加剤からなる混合物を延ばし又は封入し，皮膚表面の患部へ，又は，皮膚を通して局所患部へ有効成分を到達させるために皮膚に粘着させて用いる局所作用型外用剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，水溶性又は非水溶性の天然又は合成高分子化合物若しくはこれらの混合物を基剤とし，医薬品を，必要に応じて基剤と混和して均質とし，展延又は封入して成型する．

本剤のうち，別に規定するもののほか，通例，脂肪，脂肪油，脂肪酸塩，ろう，樹脂，プラスチック，精製ラノリン，ゴムなど若しくはこれらの混合物を原料とするか，又はこれらを基剤とし，医薬品を混和して均質とし，通例，常温では固形となるように，適切な形としたものを硬膏剤と称することができる．

（3） 本剤に用いる容器は，密閉容器とする．

20. チンキ剤
Tinctures

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

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

冷浸法：生薬を適切な容器に入れ，全量の約 3/4 に相当する量の浸出剤を加え，密閉して時々かき混ぜながら約 5 日間又は可溶性成分が十分に溶けるまで常温で放置した後，布ごしする．更に，残留物に適量の浸出剤を加えて洗い，圧搾し，浸出液及び洗液を合わせて全量とし，約 2 日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．

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

ただし，前記いずれかの方法によって得た製剤で，主成分の含量の規定があるものは，浸出液の一部をとり，定量し，必要に応じて浸出液又は浸出剤を加えて規定の含量に調節す

る．

（3） 本剤は，火気を避けて保存する．

本剤に用いる容器は，気密容器とする．

21. 点眼剤
Ophthalmic Solutions

（1） 点眼剤は，医薬品の溶液，懸濁液又は医薬品を用時溶解若しくは懸濁して用いるもので，結膜嚢に適用する無菌に製した製剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，医薬品を溶剤に溶解若しくは懸濁して一定容量とするか，又は医薬品をとり，気密容器に充てんする．

ただし，汚染を防止するために十分に注意し，操作はできるだけ速やかに行う．その濃度を % で示す場合には w/v% を意味する．

用時溶解又は懸濁して用いる本剤で，その名称中「点眼用」の文字を冠するものには，適切な溶解液又は懸濁用液を添付することができる．

（3） 本剤を製するに用いる溶剤，又は本剤に添付する溶解液は，本剤の使用に際して無害なものでなければならない．また，本剤の治療効果を障害し，又は試験に支障をきたすものであってはならない．

溶剤を分けて次の 2 種類とし，それぞれ次の条件に適合する．

（i） 水性溶剤：水性点眼剤の溶剤には，精製水又は適切な水性溶剤を用いる．添付する溶解液には，滅菌精製水又は適切な滅菌した水性溶剤を用いる．

（ii） 非水性溶剤：非水性点眼剤の溶剤には，通例，植物油を用いる．また，そのほかの適切な有機溶媒も非水性溶剤として用いることがある．

（4） 懸濁性点眼剤中の粒子は，通例，75 μm 以下とする．

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

（6） 本剤には，別に規定するもののほか，涙液と等張にするため，塩化ナトリウム又はそのほかの適切な添加剤を，また，pH を調節するため，酸又はアルカリ，及び適切な添加剤を加えることができる．

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

（8） 本剤で水溶液であるもの又は本剤に添付する水性溶解液は，白色光源を用い，3000 ～ 5000 lx の明るさの位置で，肉眼で観察するとき，澄明で，たやすく検出される不溶性異物があってはならない．ただし，容器は異物を観察するのに差し支えのない程度の透明性のあるものを用いる．

（9） 本剤は，別に規定するもののほか，点眼剤の不溶性微粒子試験法〈*6.08*〉に適合する．不溶性微粒子の限度は，本剤 1 mL 中の個数に換算するとき，300 μm 以上のものは 1 個以下である．

(10) 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

22. トローチ剤
Troches

（1） トローチ剤は，通例，医薬品を一定の形状に製したもので，口中で徐々に溶解又は崩壊させて，口腔，咽頭などに適用する製剤である．

（2） 本剤を製するには，通例，次の方法による．

（i） 有効成分をそのまま，又は賦形剤，結合剤若しくはそのほかの適切な添加剤を加えて混和して均質としたものを，適切な方法で顆粒状とした後，滑沢剤などを加え，圧縮成型する．

（ii） 有効成分をそのまま，又は賦形剤，結合剤若しくはそのほかの適切な添加剤を加えて混和して均質としたものを，直接圧縮成型して製するか，又はあらかじめ製した顆粒に有効成分をそのまま，若しくは適切な添加剤を加えて混和して均質とした後，圧縮成型して製することがある．

（iii） 有効成分に白糖などの賦形剤，結合剤，湿潤剤又はそのほかの適切な添加剤などを加えて，混和して均質とした湿潤塊を板状として一定の形状に打ち抜くか，又は切断した後，乾燥する．

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

（4） 本剤に用いる容器は，密閉容器又は気密容器とする．

23. 軟膏剤
Ointments

（1） 軟膏剤は，通例，適切な稠度の全体を均質な半固形状に製した，皮膚に塗布する外用剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，脂肪，脂肪油，ラノリン，ワセリン，パラフィン，ろう，樹脂，プラスチック，グリコール類，高級アルコール，グリセリン，水，乳化剤，懸濁化剤若しくはそのほかの適切な添加剤を原料とするか，又はこれらをそのまま基剤とするか，若しくは適切な方法で乳化したものを基剤とし，医薬品を加え，全体が均質になるまで混ぜて練り合わせる．

変質しやすいものは用時調製する．

本剤のうち，通例，乳化した基剤を用いたものをクリームと称することができる．

（3） 本剤は，敗油性のにおいはない．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

24. パップ剤
Cataplasms ／ Gel Patches

（1） パップ剤は，通例，医薬品と水を含む混合物を泥状に製するか，又は布上に展延成型して製した外用剤である．

（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，医薬品をグリセリン，水又はそのほかの適切な液状の物質と混和し，全体を均質にするか，水溶性高分子，吸水性高分子，水などを混ぜて練り合わせ，医薬品を加え，全体を均質にする．

（3） 本剤で泥状に製したものは，保存中に成分を分離することがあっても，その本質が変化していないときは，用時混和して均質とする．
（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

25. 芳香水剤
Aromatic Waters

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

26. リニメント剤
Liniments

（1） リニメント剤は，通例，液状又は泥状に製した，皮膚にすり込んで用いる外用剤である．
（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，医薬品を水，エタノール，脂肪油，グリセリン，石ケン，乳化剤，懸濁化剤若しくはそのほかの適切な添加剤又はそれらの混和物に加え，全体を均質にする．
（3） 本剤は，保存中に成分を分離することがあっても，その本質が変化していないときは，用時混和して均質とする．
（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

27. リモナーデ剤
Lemonades

（1） リモナーデ剤は，甘味と酸味があり，通例，澄明な液状の内用剤である．
（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，塩酸，クエン酸，酒石酸又は乳酸のいずれかに単シロップ及び精製水を加えて溶かし，必要に応じてろ過する．
本剤は用時調製する．
（3） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

28. 流エキス剤
Fluidextracts

（1） 流エキス剤は，生薬の浸出液で，通例，その 1 mL 中に生薬 1 g 中の可溶性成分を含むように製した液状の製剤である．
（2） 本剤を製するには，通例，パーコレーション法による．粗末又は細切とした生薬 1000 g をとり，第 1 浸出剤を加え，よく混和して潤し，容器を密閉して室温で約 2 時間放置する．これを適切な浸出器になるべく密に詰め，浸出器の下口を開いた後，生薬が覆われるまで徐々に上方から第 2 浸出剤を加え，浸出液が滴下し始めたとき，下口を閉じて密閉し，室温で 2 ～ 3 日間放置した後，毎分 0.5 ～ 1.0 mL の速度で浸出液を流出させる．
最初に得た 850 mL を第 1 浸出液として別に保存し，更に浸出器に第 2 浸出剤を追加して流出を続け，第 2 浸出液とする．
ただし，放置時間及び流出速度は，生薬の種類と量によって適切に変更することができる．流出速度は生薬の使用量により，通例，次のように調節する．

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

次に第 2 浸出液をなるべく生薬の揮発成分を失わないように注意しながら濃縮して，第 1 浸出液に合わせ（A），第 2 浸出剤を加えて 1000 mL とし，2 日間放置した後，上澄液をとるか，又はろ過して澄明な液とする．
ただし，主成分含量の規定があるものは（A）の一部をとり，定量し，必要に応じて第 2 浸出剤を加えて規定の含量に調節する．
第 1 浸出剤と第 2 浸出剤の区別がないものでは，規定の浸出剤を用いる．
（3） 本剤は，これを製するに用いた生薬の臭味がある．
（4） 本剤は，別に規定するもののほか，次に示す流エキス剤における重金属試験法〈*1.07*〉の検液及び比較液の調製を行った後，重金属試験法〈*1.07*〉に適合する．
なお，検液及び比較液の調製法は次による．
本剤 1.0 g を強熱して灰化し，希塩酸 3 mL を加えて加温した後，ろ過し，残留物を水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，検液とする．
比較液は希塩酸 3 mL を量り，以下検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする．
（5） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

29. ローション剤
Lotions

（1） ローション剤は，通例，医薬品を水性の液中に溶解又は乳化若しくは微細に分散し均質に製した，皮膚に塗布する液状の外用剤である．
（2） 本剤を製するには，別に規定するもののほか，通例，医薬品と溶剤，乳化剤，懸濁化剤などを水性の液体に加え，全

体を均質にする．

変質しやすいものは用時調製する．

（3） 本剤は，保存中に成分を分離することがあっても，その本質が変化していないときは，用時混和して均質とする．

（4） 本剤に用いる容器は，気密容器とする．

一 般 試 験 法

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

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

1．化学的試験法

1.01　アルコール数測定法

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

第1法　蒸留法　15℃ で試料 10 mL を量り，次の方法で蒸留して得た 15℃ におけるエタノール層の量（mL）を測定し，アルコール数とする方法である．

（1）　装置

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

（2）　試液

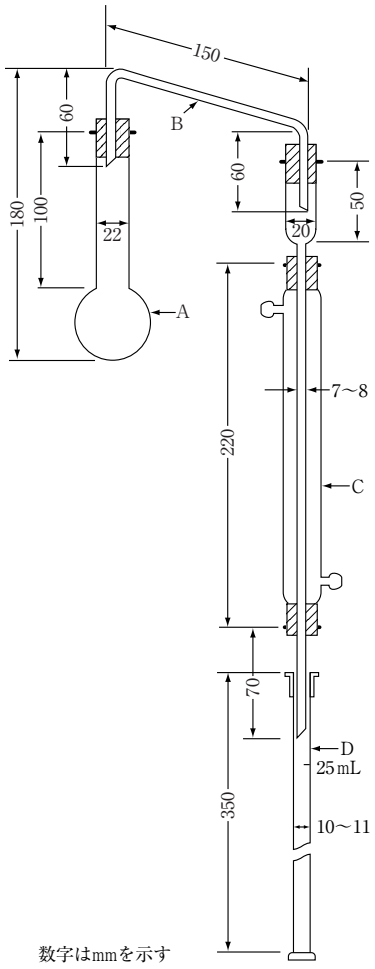
アルカリ性フェノールフタレイン試液　フェノールフタレイン 1 g に水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水を加えて溶かし，全量を 100 mL とする．

（3）　操作法

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

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

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



数字はmmを示す

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

図 1.01－1

表 1.01－1

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

試料に次の物質を含む場合は，蒸留前に次の操作を行う．

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

（ⅱ） ヨウ素　亜鉛粉末を加えて脱色する．

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

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

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

第２法　ガスクロマトグラフィー　15℃ で試料を量り，次のガスクロマトグラフィー〈2.02〉により操作し，エタノール（C_2H_5OH）の含量（vol%）を測定し，この値からアルコール数を求める方法である．

（１） 試薬

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

（２） 試料溶液及び標準溶液の調製

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

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

（３） 操作法

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

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

内標準溶液　アセトニトリル溶液（3 → 50）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

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

カラム温度：105 ～ 115℃ の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が 5 ～ 10 分になるように調整する．

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

1.02　アンモニウム試験法

アンモニウム試験法は，医薬品中に混在するアンモニウム塩の限度試験である．

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

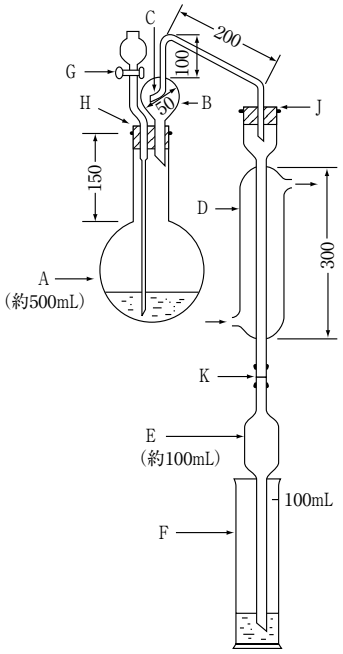
装　置

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

操 作 法

（１） 検液及び比較液の調製　別に規定するもののほか，次の方法により検液及び比較液を調製する．

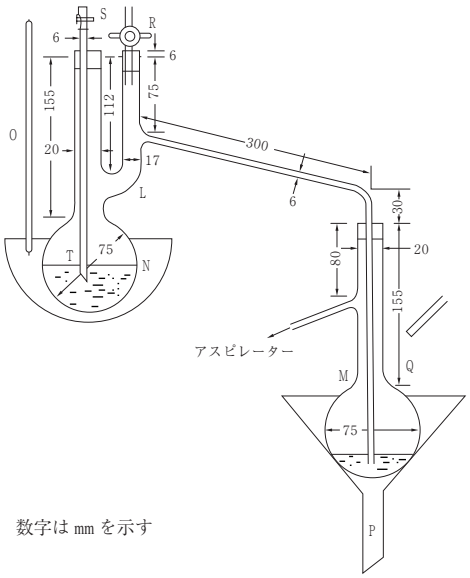
医薬品各条に規定する量の試料を蒸留フラスコ A にとり，水 140 mL 及び酸化マグネシウム 2 g を加え，蒸留装置（図 1.02－1）を連結する．受器 F（メスシリンダー）には吸収液としてホウ酸溶液（1 → 200）20 mL を入れ，冷却



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

数字は mm を示す

図 1.02－1　アンモニウム試験用蒸留装置



数字は mm を示す

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

図 1.02－2　アンモニウム試験用減圧蒸留装置

器の下端を吸収液に浸し，1 分間 5 ～ 7 mL の留出速度となるように加熱温度を調節し，留液 60 mL を得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，水を加えて 100 mL とし，検液とする．

減圧蒸留法を適用する場合，医薬品各条に規定する量の試料を減圧蒸留フラスコ L にとり，水 70 mL 及び酸化マグネシウム 1 g を加え，減圧蒸留装置（図 1.02－2）を連結する．受器 M（フラスコ）には吸収液としてホウ酸溶液（1 → 200）20 mL を入れ，減圧蒸留フラスコの枝の先端を吸収液に浸し，水浴又はこれに代わる装置を用い 60 ℃ に保ち，1 分間に 1 ～ 2 mL の留出速度となるように減圧度を調整し，留液 30 mL を得るまで減圧で蒸留する．蒸留中は受器 M（フラスコ）の球部を水で冷却する．枝の先端から液面を離し，少量の水でその部分を洗い込み，水を加えて 100 mL とする．これを検液とし，試験を行う．

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

（2）　検液及び比較液の試験　別に規定するもののほか，次の方法による．

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

検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

1.03　塩化物試験法

塩化物試験法は，医薬品中に混在する塩化物の限度試験である．

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

操 作 法

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

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

検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない．

1.04　炎色反応試験法

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

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

（2）　ハロゲン化合物の炎色反応　網目の開き 0.25 mm，線径 0.174 mm の銅網を幅 1.5 cm，長さ 5 cm に切り，

銅線の一端に巻き付ける．これをブンゼンバーナーの無色炎中で，炎が緑色又は青色を呈しなくなるまで強熱した後，冷却し，更にこの操作を数回繰り返して酸化銅の被膜を完全に付ける．次に冷時，この銅網上に，別に規定するもののほか，試料 1 mg を付け，点火して燃焼させ，この操作を 3 回繰り返した後，銅網を無色炎中に入れ，試験する．

炎色反応が持続するとは，その反応が約 4 秒間持続することをいう．

1.05 鉱油試験法

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

操 作 法

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

1.06 酸素フラスコ燃焼法

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

装 置

図 1.06－1 に示すものを用いる．

検液及び空試験液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法による．

（1） 試料のとり方

（i） 試料が固体の場合

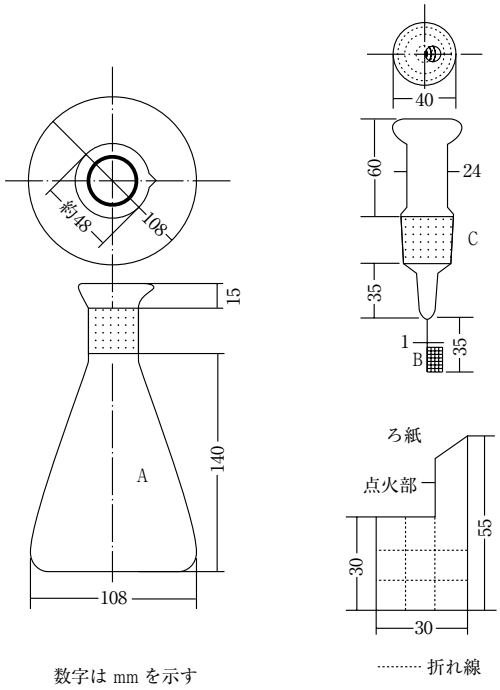
医薬品各条に規定する量の試料を図に示すろ紙の中央部に精密に量りとり，こぼれないように折れ線に沿って包み，白金製のかご又は白金網筒 B の中に，点火部を外に出して入れる．

（ii） 試料が液状の場合

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

（2） 燃焼法

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



A：内容 500 mL の無色，肉厚（約 2 mm）の硬質ガラス製のフラスコで，口の上部を受け皿状にしたもの．ただし，フッ素の定量には石英製のものを用いる．

B：白金製のかご又は白金網筒（白金線を用いて栓 C の下端につるす．）

C：硬質ガラス製の共栓．ただし，フッ素の定量には石英製のものを用いる．

図 1.06－1

定量操作法

医薬品各条で別に規定するもののほか，次の方法による．

（1） 塩素又は臭素

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

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

（2） ヨウ素

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

0.005 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 0.6345 mg I

（3）　フッ素

A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，検液及び空試験液をそれぞれ 50 mL のメスフラスコに移し，C，B 及び A の内壁を水で洗い，洗液及び水を加えて 50 mL とし，試験液及び補正液とする．フッ素約 30 ng に対応する試験液（VmL），補正液 VmL 及びフッ素標準液 5 mL を正確に量り，それぞれ別の 50 mL のメスフラスコに入れ，よく振り混ぜながらそれぞれにアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1∶1∶1）30 mL を加え，水を加えて 50 mL とし，1 時間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試験液，補正液及び標準液から得たそれぞれの液の波長 600 nm における吸光度 A_T，A_C 及び A_S を測定する．

検液中のフッ素（F）の量（mg）
= 標準液 5 mL 中のフッ素の量（mg）

$$\times \frac{A_T - A_C}{A_S} \times \frac{50}{V}$$

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

（4）　イオウ

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

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL = 0.1604 mg S

1.07　重金属試験法

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

医薬品各条には，重金属（Pb として）の限度を ppm で（ ）内に付記する．

検液及び比較液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法によって検液及び比較液を調製する．

（1）　第 1 法

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

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

（2）　第 2 法

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

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

（3）　第 3 法

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

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

（4）　第 4 法

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

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

操 作 法

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

検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

1.08　窒素定量法（セミミクロケルダール法）

窒素定量法は，窒素を含む有機化合物を硫酸で分解し，硫酸アンモニウムとし，そのアンモニアを定量する方法である．

装　置

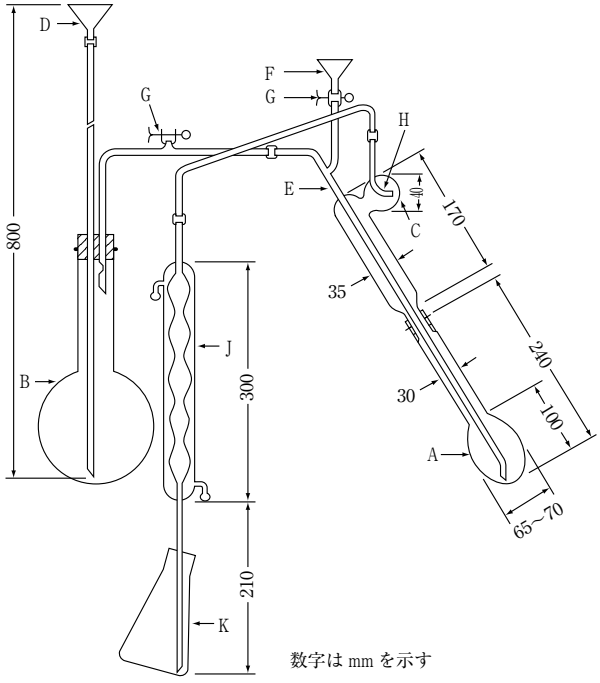
図 1.08－1 に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．装置に用いるゴムはすべて水酸化ナトリウム試液中で 10 ～ 30 分間煮沸し，次に水中で 30 ～ 60 分間煮沸し，最後に水でよく洗ってから用いる．

操 作 法

別に規定するもののほか，次の方法による．

窒素（N：14.01）2 ～ 3 mg に対応する量の試料を精密に量るか，又はピペットで正確に量り，ケルダールフラスコ A に入れ，これに硫酸カリウム 10 g 及び硫酸銅（Ⅱ）五水和物 1 g の混合物を粉末とし，その 1 g を加え，フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み，更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える．

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



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

図 1.08－1

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

同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.1401 mg N

1.09　定性反応

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

亜 鉛 塩

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

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

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

亜硝酸塩

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

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

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

亜ヒ酸塩

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

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

（3）　亜ヒ酸塩の微アルカリ性溶液に硫酸銅（Ⅱ）試液を加

えるとき，緑色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，これに水酸化ナトリウム試液を加えて煮沸するとき，赤褐色に変わる．

亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩

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

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

アルミニウム塩

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

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

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

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

安息香酸塩

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

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

アンチモン塩，第一

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

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

アンモニウム塩

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

塩 化 物

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

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

塩素酸塩

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

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

過酸化物

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

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

過マンガン酸塩

（1）　過マンガン酸塩の溶液は赤紫色を呈する．

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

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

カリウム塩

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

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

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

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

カルシウム塩

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

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

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

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

銀　塩

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

（2）　銀塩の溶液にクロム酸カリウム試液を加えるとき，赤色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3）　銀塩の溶液にアンモニア試液を滴加するとき，灰褐色の沈殿を生じる．更にアンモニア試液を滴加して沈殿を溶かし，ホルムアルデヒド液 1 ～ 2 滴を加えて加温するとき，

器壁に銀鏡を生じる．

クエン酸塩

（1） クエン酸塩の溶液 1 ～ 2 滴にピリジン/無水酢酸混液（3：1）20 mL を加え，2 ～ 3 分間放置するとき，赤褐色を呈する．

（2） クエン酸塩の中性溶液に等容量の希硫酸を加え，その 2/3 容量の過マンガン酸カリウム試液を加え，試液の色が消えるまで加熱した後，全量の 1/10 容量の臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じる．

（3） クエン酸塩の中性溶液に過量の塩化カルシウム試液を加えて煮沸するとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に水酸化ナトリウム試液を加えても溶けない．また，他の一部に希塩酸を加えるとき，溶ける．

グリセロリン酸塩

（1） グリセロリン酸塩の溶液に塩化カルシウム試液を加えるとき，変化しないが，煮沸するとき，沈殿を生じる．

（2） グリセロリン酸塩の溶液に七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えるとき，冷時沈殿を生じないが，長く煮沸するとき，黄色の沈殿を生じる．

（3） グリセロリン酸塩に等量の硫酸水素カリウムの粉末を混ぜ，直火で穏やかに加熱するとき，アクロレインの刺激臭を発する．

クロム酸塩

（1） クロム酸塩の溶液は黄色を呈する．

（2） クロム酸塩の溶液に酢酸鉛（Ⅱ）試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，この一部に酢酸を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部に希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3） クロム酸塩の硫酸酸性溶液に等容量の酢酸エチル及び過酸化水素試液 1 ～ 2 滴を加え，直ちに振り混ぜて放置するとき，酢酸エチル層は青色を呈する．

酢 酸 塩

（1） 酢酸塩に薄めた硫酸（1 → 2）を加えて加温するとき，酢酸のにおいを発する．

（2） 酢酸塩に硫酸及び少量のエタノール（95）を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（3） 酢酸塩の中性溶液に塩化鉄（Ⅲ）試液を加えるとき，液は赤褐色を呈し，煮沸するとき，赤褐色の沈殿を生じる．これに塩酸を追加するとき，沈殿は溶け，液の色は黄色に変わる．

サリチル酸塩

（1） サリチル酸塩を過量のソーダ石灰と混ぜて加熱するとき，フェノールのにおいを発する．

（2） サリチル酸塩の濃溶液に希塩酸を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．沈殿を分取し，冷水でよく洗い，乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は約 159 ℃ である．

（3） サリチル酸塩の中性溶液に希塩化鉄（Ⅲ）試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に消える．

シアン化物

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

（2） シアン化物の溶液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴，希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，希硫酸を加えて酸性にするとき，青色の沈殿を生じる．

臭 化 物

（1） 臭化物の溶液に硝酸銀試液を加えるとき，淡黄色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部にアンモニア水（28）を加えて振り混ぜた後，分離した液に希硝酸を加えて酸性にすると白濁する．

（2） 臭化物の溶液に塩素試液を加えるとき，黄褐色を呈する．これを二分し，この一部にクロロホルムを追加して振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄褐色～赤褐色を呈する．また，他の一部にフェノールを追加するとき，白色の沈殿を生じる．

重クロム酸塩

（1） 重クロム酸塩の溶液は黄赤色を呈する．

（2） 重クロム酸塩の溶液に酢酸鉛（Ⅱ）試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，この一部に酢酸（31）を追加しても沈殿は溶けない．また，他の一部に希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

（3） 重クロム酸塩の硫酸酸性溶液に等容量の酢酸エチル及び過酸化水素試液 1 ～ 2 滴を加え，直ちに振り混ぜて放置するとき，酢酸エチル層は青色を呈する．

シュウ酸塩

（1） シュウ酸塩の硫酸酸性溶液に温時過マンガン酸カリウム試液を滴加するとき，試液の色は消える．

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

酒石酸塩

（1） 酒石酸塩の中性溶液に硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に硝酸を加えるとき，溶ける．また，他の一部にアンモニア試液を加えて加温するとき，溶け，徐々に器壁に銀鏡を生じる．

（2） 酒石酸塩の溶液に酢酸（31）2 滴，硫酸鉄（Ⅱ）試液 1 滴及び過酸化水素試液 2 ～ 3 滴を加え，更に過量の水酸化ナトリウム試液を加えるとき，赤紫色～紫色を呈する．

（3） 酒石酸塩の溶液 2 ～ 3 滴に，あらかじめ硫酸 5 mL にレソルシノール溶液（1 → 50）2 ～ 3 滴及び臭化カリウム溶液（1 → 10）2 ～ 3 滴を加えた液を加え，水浴上で 5 ～ 10 分間加熱するとき，濃青色を呈する．これを冷却して水 3 mL に加えるとき，液は赤色～赤だいだい色を呈する．

臭素酸塩

（1） 臭素酸塩の硝酸酸性溶液に硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じ，加熱するとき，沈殿は溶ける．これに亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を追加するとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（2） 臭素酸塩の硝酸酸性溶液に亜硝酸ナトリウム試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は黄色～赤褐色を呈し，これにクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色～赤褐色を呈する．

硝 酸 塩

（1） 硝酸塩の溶液に等容量の硫酸を混和し，冷却した後，

硫酸鉄（Ⅱ）試液を層積するとき，接界面に暗褐色の輪帯を生じる．

（2）　硝酸塩の溶液にジフェニルアミン試液を加えるとき，液は青色を呈する．

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

水銀塩，第一

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

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

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

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

水銀塩，第二

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

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

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

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

スズ塩，第一

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

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

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

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

スズ塩，第二

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

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

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

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

セリウム塩

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

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

炭 酸 塩

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

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

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

炭酸水素塩

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

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

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

チオシアン酸塩

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

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

チオ硫酸塩

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

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

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

鉄塩，第一

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

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

を加えるとき，溶ける．

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

鉄塩，第二

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

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

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

銅塩，第二

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

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

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

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

ナトリウム塩

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

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

鉛　塩

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

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

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

乳 酸 塩

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

バリウム塩

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

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

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

ヒ 酸 塩

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

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

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

ビスマス塩

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

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

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

フェリシアン化物

（1） フェリシアン化物の溶液は黄色を呈する．

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

フェロシアン化物

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

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

フッ化物

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

（2） フッ化物の中性又は弱酸性溶液にアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液の混液（1：1：1）1.5 mL を加えて放置するとき，液は青紫色を呈する．

芳香族アミン，第一

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

ホウ酸塩

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

（2） ホウ酸塩の塩酸酸性溶液で潤したクルクマ紙を加温し

て乾燥するとき，赤色を呈し，これにアンモニア試液を滴加するとき，青色に変わる．

マグネシウム塩

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

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

マンガン塩

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

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

ヨウ化物

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

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

リチウム塩

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

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

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

硫 化 物

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

硫 酸 塩

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

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

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

リン酸塩（正リン酸塩）

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

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

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

1.10 鉄試験法

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

医薬品各条には，鉄（Fe として）の限度を ppm で（ ）内に付記する．

検液及び比較液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法によって検液及び比較液を調製する．

（1） 第 1 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をとり，鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて比較液とする．

（2） 第 2 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，希塩酸 10 mL を加え，必要ならば加温して溶かす．次に L-酒石酸 0.5 g を加えて溶かした後，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，更に鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20 mL を加えて検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をとり，希塩酸 10 mL を加えた後，検液の調製法と同様に操作し，比較液とする．

（3） 第 3 法

医薬品各条に規定する量の試料をるつぼに量り，硫酸少量を加えて試料を潤し，初めは注意して弱く加熱し，次に強熱して灰化する．冷後，薄めた塩酸（2 → 3）1 mL 及び薄めた硝酸（1 → 3）0.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，残留物に薄めた塩酸（2 → 3）0.5 mL 及び水 10 mL を加え，加温して溶かした後，鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて，検液とする．

比較液は医薬品各条に規定する量の鉄標準液をるつぼに量り，薄めた塩酸（2 → 3）1 mL 及び薄めた硝酸（1 → 3）0.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，検液の調製法と同様に操作し，比較液とする．

ただし，るつぼは石英製又は磁製のるつぼを沸騰させた希塩酸中に 1 時間浸した後，十分に水洗し，乾燥したものを用いる．

操 作 法

別に規定するもののほか，次の方法によって操作する．

（1） A 法

検液及び比較液をネスラー管にとり，L-アスコルビン酸溶液（1 → 100）2 mL を加えて混和し，30 分間放置した後，2,2′-ビピリジルのエタノール（95）溶液（1 → 200）1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，30 分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

（2）　B 法

検液及び比較液に L-アスコルビン酸 0.2 g を加えて溶かし，30 分間放置した後，2,2′-ビピリジルのエタノール（95）溶液（1 → 200）1 mL を加えて 30 分間放置する．次に 2,4,6-トリニトロフェノール溶液（3 → 1000）2 mL 及び 1,2-ジクロロエタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，1,2-ジクロロエタン層を分取し，必要ならば脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g を層積した漏斗でろ過した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．

1.11　ヒ素試験法

ヒ素試験法は，医薬品中に混在するヒ素の限度試験である．その限度は三酸化二ヒ素（As_2O_3）の量として表す．

医薬品各条には，ヒ素（As_2O_3 として）の限度を ppm で（　）内に付記する．

装　置

図 1.11－1 に示す装置を用いる．

排気管 B に約 30 mm の高さにガラス繊維 F を詰め，酢酸鉛（Ⅱ）試液及び水の等容量混液で均等に潤した後，下端から弱く吸引して，過量の液を除く．これをゴム栓 H の中心に垂直にさし込み，B の下部の小孔 E は下にわずかに突き出るようにして発生瓶 A に付ける．B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける．C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする．

検液の調製法

別に規定するもののほか，次の方法による．

（1）　第 1 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，水 5 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．

（2）　第 2 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加える．ただし，無機酸の場合には硫酸を加えない．これに亜硫酸水 10 mL を加え，小ビーカーに入れ，水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約 2 mL となるまで蒸発し，水を加えて 5 mL とし，検液とする．

（3）　第 3 法

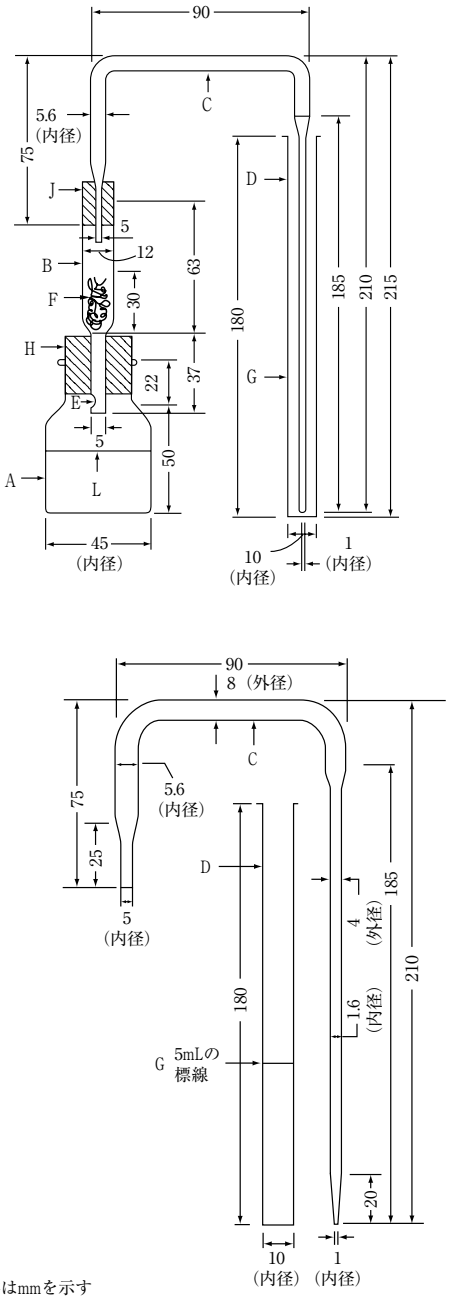
医薬品各条に規定する量の試料を量り，白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 3 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，検液とする．

（4）　第 4 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，白金製，石英製又は磁製のるつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱した後，強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，徐々に加熱した後，強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 3 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，検液とする．

（5）　第 5 法

医薬品各条に規定する量の試料を量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，検液とする．



数字はmmを示す

A：発生瓶（肩までの内容約 70 mL）
B：排気管
C：ガラス管（内径 5.6 mm，吸収管に入れる部分は先端を内径 1 mm に引き伸ばす．）
D：吸収管（10 mm）
E：小孔
F：ガラスウール（約 0.2 g）
G：5 mL の標線
H及びJ：ゴム栓
L：40 mL の標線

図 1.11－1　ヒ素試験装置

試　液

ヒ化水素吸収液：*N*,*N*–ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50 g をピリジンに溶かし 100 mL とする．この液は遮光した共栓瓶に入れ，冷所に保存する．

ヒ素標準原液：三酸化二ヒ素を微細の粉末とし，105 ℃ で 4 時間乾燥し，その 0.100 g を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）5 mL に溶かす．この液に希硫酸を加えて中性とし，更に希硫酸 10 mL を追加し，新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする．

ヒ素標準液：ヒ素標準原液 10 mL を正確に量り，希硫酸 10 mL を加え，新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL は三酸化二ヒ素（As_2O_3）1 μg を含む．この液は用時調製し，共栓瓶に保存する．

操 作 法

別に規定するもののほか，図 1.11－1 に示した装置を用いて試験を行う．

標準色の調製は同時に行う．

発生瓶 A に検液をとり，必要ならば少量の水で洗い込む．これにメチルオレンジ試液 1 滴を加え，アンモニア試液，アンモニア水（28）又は希塩酸を用いて中和した後，薄めた塩酸（1 → 2）5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え，2 ～ 3 分間放置した後，更に酸性塩化スズ（Ⅱ）試液 5 mL を加え，室温で 10 分間放置する．次に水を加えて 40 mL とし，ヒ素分析用亜鉛 2 g を加え，直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶 A に付ける．C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5 mL を入れた吸収管 D の底に達するように入れておく．次に発生瓶 A は 25 ℃ の水中に肩まで浸し，1 時間放置する．吸収管をはずし，必要ならばピリジンを加えて 5 mL とし，吸収液の色を観察する．この色は標準色より濃くない．

標準色の調製　発生瓶 A にヒ素標準液 2 mL を正確に加え，更に薄めた塩酸（1 → 2）5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加えて 2 ～ 3 分間放置した後，酸性塩化スズ（Ⅱ）試液 5 mL を加え，室温で 10 分間放置する．以下前記と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする．この色は三酸化二ヒ素（As_2O_3）2 μg に対応する．

注意：試験に用いる器具，試薬及び試液はヒ素を含まないか，又はほとんど含まないものを用い，必要ならば空試験を行う．

1.12　メタノール試験法

メタノール試験法は，エタノール中に混在するメタノールを試験する方法である．

試　液

（1）　メタノール標準液　メタノール 1.0 g に水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール不含エタノール（95）2.5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．

（2）　A 液　リン酸 75 mL に水を加えて 500 mL とし，これに過マンガン酸カリウム 15 g を加えて溶かす．

（3）　B 液　硫酸を等容量の水に注意して加え，冷後，その 500 mL にシュウ酸二水和物 25 g を加えて溶かす．

操 作 法

試料 1 mL を正確に量る．これに水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びメタノール標準液 5 mL ずつをそれぞれ別の試験管に正確に量り，両試験管に A 液 2 mL を加え，15 分間放置した後，B 液 2 mL を加えて脱色し，更にフクシン亜硫酸試液 5 mL を加えて混和し，30 分間常温で放置するとき，試料溶液の呈する色はメタノール標準液の呈する色より濃くない．

1.13　油脂試験法

油脂試験法は，脂肪，脂肪油，ろう，脂肪酸，高級アルコール又はこれらに類似した物質に適用する試験法である．

試料の調製

試料が固体の場合は，注意して融解し，必要ならば乾燥ろ紙を用いて温時ろ過する．試料が液体で混濁している場合は，約 50 ℃ に加温し，もし澄明にならないときは，乾燥ろ紙を用いて温時ろ過し，いずれの場合も混和し均等とする．

融　点

融点測定法第 2 法〈*2.60*〉による．

脂肪酸の凝固点

（1）　脂肪酸の製法　水酸化カリウム 25 g をグリセリン 100 g に溶かした液 75 g を 1 L のビーカーに入れ，150 ℃ に加熱する．これに試料 50 g を加え，しばしばかき混ぜながら約 15 分間加熱し，完全にけん化する．この間，温度が 150 ℃ 以上にならないようにする．次に 100 ℃ に冷却し，熱湯 500 mL を加えて溶かし，薄めた硫酸（1 → 4）50 mL を徐々に加え，脂肪酸が澄明な層となって明らかに分離するまで，しばしばかき混ぜながら加熱する．脂肪酸を分取し，洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで熱湯で洗った後，小ビーカーに移す．次に水分が分離して脂肪酸が澄明になるまで水浴上で加熱し，温時小ビーカーにろ過し，注意して 130 ℃ になるまで加熱し，水分を除く．

（2）　凝固点の測定　凝固点測定法〈*2.42*〉による．

比　重

（1）　常温で液体の試料

比重及び密度測定法〈*2.56*〉による．

（2）　常温で固体の試料

別に規定するもののほか，20 ℃ で比重瓶に水を満たし，その質量を精密に量り，次に水を捨て乾燥し，比重瓶の質量を精密に量る．この比重瓶にその深さの約 3/4 まで融解した試料を入れ，これを試料の融解温度よりやや高い温度に 1 時間放置し，試料中に残存する空気を完全に追いだし，規定の温度に調節し，その質量を精密に量り，更に 20 ℃ で試料の上に水を満たした後，その質量を精密に量る．

その他の操作は比重及び密度測定法第 1 法〈*2.56*〉による．

$$d = \frac{W_1 - W}{(W_2 - W) - (W_3 - W_1)}$$

W：比重瓶の質量（g）
W_1：比重瓶に試料を入れたときの質量（g）
W_2：比重瓶に水を満たしたときの質量（g）
W_3：比重瓶に試料と水を満たしたときの質量（g）

酸　価

酸価とは，試料 1 g を中和するに要する水酸化カリウム（KOH）の mg 数である．

操作法　別に規定するもののほか，試料の酸価に応じて表 1.13－1 の試料採取量を 250 mL の共栓フラスコに精密に量り，溶媒としてジエチルエーテル/エタノール（95）混液（1：1 又は 2：1）を 100 mL 加え，必要ならば加温して溶かし，フェノールフタレイン試液数滴を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉する．ただし，冷時濁りを生じるときは，温時滴定する．使用する溶媒には，使用前にフェノールフタレイン試液を指示薬として，30 秒間持続する淡赤色を呈するまで，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液を加える．

$$\text{酸価} = \frac{\text{0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量（mL）} \times 5.611}{\text{試料の量（g）}}$$

表 1.13－1

酸　価	試料採取量(g)
5 未満	20
5 以上　15 未満	10
15 以上　30 未満	5
30 以上 100 未満	2.5
100 以上	1.0

けん化価

けん化価とは，試料 1 g 中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム（KOH）の mg 数である．

操作法　別に規定するもののほか，試料 1 ～ 2 g を精密に量り，200 mL のフラスコに入れ，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL を加え，これに小還流冷却器又は長さ 750 mm，直径 6 mm の空気冷却器を付け，水浴中でしばしば振り混ぜて 1 時間穏やかに加熱する．冷後，フェノールフタレイン試液 1 mL を加え，直ちに 0.5 mol/L 塩酸で過量の水酸化カリウムを滴定〈2.50〉する．ただし，冷時濁りを生じるときは，温時滴定する．同様の方法で空試験を行う．

$$\text{けん化価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の量（g）}}$$

a：空試験における 0.5 mol/L 塩酸の消費量（mL）
b：試料を用いたときの 0.5 mol/L 塩酸の消費量（mL）

エステル価

エステル価とは，試料 1 g 中のエステルをけん化するに要する水酸化カリウム（KOH）の mg 数である．

操作法　別に規定するもののほか，けん化価及び酸価を測定し，その差をエステル価とする．

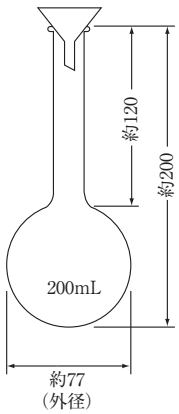
水酸基価

水酸基価とは，試料 1 g を次の条件でアセチル化するとき，水酸基と結合した酢酸を中和するに要する水酸化カリウム（KOH）の mg 数である．

操作法　試料約 1 g を精密に量り，内容約 200 mL の丸底フラスコ（図 1.13－1）に入れ，正確に無水酢酸・ピリジン試液 5 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，95 ～ 100 ℃ の油浴中に底部を約 1 cm 浸して加熱する．このときフラスコの首が浴の熱をうけて温度の上がるのを防ぐために，中に丸い穴をあけた厚紙の円盤をフラスコの首の付け根にかぶせる．1 時間後フラスコを油浴から取り出し，冷後，漏斗から水 1 mL を加えて振り動かし無水酢酸を分解する．再びフラスコを油浴中で 10 分間加熱する．冷後，漏斗及びフラスコの首部を中和エタノール 5 mL で洗い込み，0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

$$\text{水酸基価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の量（g）}} + \text{酸価}$$

a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量（mL）
b：試料を用いたときの 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量（mL）



数字は mm を示す

図 1.13－1 水酸基価測定用フラスコ

不けん化物

不けん化物とは，試料を次の方法で操作するとき，けん化されずジエチルエーテルに溶け，水に溶けない物質の量から，混入脂肪酸の量をオレイン酸に換算して差し引いたものをいい，医薬品各条にはその限度を % で示す．

操作法　試料約 5 g を精密に量り，250 mL のフラスコに入れ，水酸化カリウム・エタノール試液 50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上でしばしば振り混ぜながら 1 時間穏やかに煮沸し，第 1 の分液漏斗に移す．フラスコは温水 100 mL で洗い，洗液は第 1 の分液漏斗に入れ，更に水 50 mL

を加えて室温になるまで放冷する．次にジエチルエーテル 100 mL でフラスコを洗い，洗液を第 1 の分液漏斗に加え，1 分間激しく振り混ぜて抽出した後，明らかに二層に分かれるまで放置する．水層を第 2 の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル 50 mL を加え，同様に振り混ぜた後，放置し，水層は更に第 3 の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル 50 mL を加え，再び同様に振り混ぜ抽出する．第 2 及び第 3 の分液漏斗中のジエチルエーテル抽出液は，第 1 の分液漏斗に移し，それぞれの分液漏斗は少量のジエチルエーテルで洗い，洗液は第 1 の分液漏斗に合わせる．第 1 の分液漏斗に水 30 mL ずつを加え，洗液がフェノールフタレイン試液 2 滴によって淡赤色を呈しなくなるまで洗う．ジエチルエーテル液は無水硫酸ナトリウム少量を加え，1 時間放置した後，乾燥ろ紙を用いて質量既知のフラスコにろ過する．第 1 の分液漏斗はジエチルエーテルでよく洗い，洗液は先のろ紙を用いてフラスコ中に合わせる．ろ液及び洗液を水浴上でほとんど留去した後，アセトン 3 mL を加え，再び水浴上で蒸発乾固し，70 ～ 80 ℃ で 30 分間減圧（約 2.67 kPa）で乾燥した後，デシケーター（減圧，シリカゲル）に移して 30 分間放冷し，質量を精密に量る．フラスコにジエチルエーテル 2 mL と中和エタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜ，抽出物を溶解した後，フェノールフタレイン試液数滴を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 30 秒間持続する淡赤色を呈するまで混入脂肪酸を滴定〈*2.50*〉する．

$$\text{不けん化物（\%）} = \frac{a - (b \times 0.0282)}{\text{試料の量（g）}} \times 100$$

a：抽出物の質量（g）

b：0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量（mL）

ヨウ素価

ヨウ素価とは，次の条件で測定するとき，試料 100 g と結合するハロゲンの量をヨウ素（I）に換算した g 数である．

操作法　別に規定するもののほか，試料のヨウ素価に応じて，表 1.13－2 の試料採取量を小ガラス容器に正確に量り，500 mL の共栓フラスコ中に容器と共に入れ，シクロヘキサン 20 mL を加えて溶かし，正確にウィイス試液 25 mL を加え，よく混和する．密栓して遮光し，20 ～ 30 ℃ で 30 分間（ヨウ素価が 100 以上のときは 1 時間）時々振り混ぜて放置する．次にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

$$\text{ヨウ素価} = \frac{(a - b) \times 1.269}{\text{試料の量（g）}}$$

a：空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）

b：試料を用いたときの 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）

表 1.13－2　試料採取量

ヨウ素価	試料採取量(g)
30 未満	1.0
30 以上　50 未満	0.6
50 以上 100 未満	0.3
100 以上	0.2

1.14　硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は，医薬品中に混在する硫酸塩の限度試験である．

医薬品各条には，硫酸塩（SO_4 として）の限度をパーセント（%）で（　）内に付記する．

操 作 法

別に規定するもののほか，医薬品各条に規定する量の試料をネスラー管にとり，水適量に溶かし 40 mL とする．これに希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，検液とする．別に医薬品各条で規定する量の 0.005 mol/L 硫酸をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，比較液とする．この場合，検液が澄明でないときは，両液を同条件でろ過する．

検液及び比較液に塩化バリウム試液 2 mL ずつを加えて混和し，10 分間放置した後，黒色の背景を用い，ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する．

検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない．

1.15　硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は，医薬品中に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法である．

操 作 法

あらかじめネスラー管を硫酸呈色物用硫酸でよく洗う．別に規定するもののほか，試料が固体の場合にはネスラー管に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を入れ，試料を粉末とし，医薬品各条に規定する量を少量ずつ加え，ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす．試料が液体の場合には医薬品各条に規定する量をとり，ネスラー管に入れ，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加えて振り混ぜる．この間，発熱し温度が上昇するものは冷却し，温度の影響のあるものは標準温度に保ち，15 分間放置した後，液を白色の背景を用い，ネスラー管に入れた医薬品各条に規定する色の比較液と側方から観察して比色する．

2. 物理的試験法

クロマトグラフィー

2.01　液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは，適当な固定相を用いて作られたカラムに試料混合物を注入し，移動相として液体を用い，固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し，分析する方法であり，液体試料又は溶液にできる試料に適用でき，物質の確認，純度の試験又は定量などに用いる．

与えられたカラムに注入された混合物は各成分に固有の比率 k で，移動相と固定相に分布する．

$$k = \frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率 k は，液体クロマトグラフィーでは質量分布比 k' などと呼ばれる．この比率 k と移動相のカラム通過時間 t_0（$k = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間）及び保持時間 t_R（測定試料の注入時からピークの頂点までの時間）との間には次の関係があるので，同一条件では，保持時間は物質に固有の値となる．

$$t_R = (1 + k)\, t_0$$

装　置

通例，移動相送液用ポンプ，試料導入装置，カラム，検出器及び記録装置からなり，必要に応じて移動相組成制御装置，カラム恒温槽，反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽などを用いる．ポンプは，カラム及び連結チューブなどの中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるものである．試料導入装置は，一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである．カラムは，一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充てん剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充てんしたものである．なお，充てん剤の代わりに固定相を管壁に保持させたものを用いることができる．検出器は，試料の移動相とは異なる性質を検出するもので，紫外又は可視吸光光度計，蛍光光度計，示差屈折計，電気化学検出器，化学発光検出器，電気伝導度検出器及び質量分析計などがあり，通例，数 μg 以下の試料に対して濃度に比例した信号を出すものである．記録装置は，検出器により得られる信号の強さを記録するものである．必要に応じて記録装置としてデータ処理装置を用いてクロマトグラム，保持時間，又は成分定量値などを記録あるいは出力させることができる．移動相組成制御装置は，段階的制御（ステップワイズ方式）と濃度勾配制御（グラジエント方式）があり，移動相組成を制御できるものである．

操 作 法

装置をあらかじめ調整した後，医薬品各条に規定する操作条件の検出器，カラム，移動相を用い，移動相を規定の流量で流し，カラムを規定の温度で平衡にした後，医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて試料導入部より注入する．分離された成分を検出器により検出し，記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる．分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収，蛍光などの物性を持たない場合には，適当な誘導体化を行い検出する．誘導体化は，通例，プレラベル法又はポストラベル法による．

確認及び純度の試験

確認は，試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること，又は試料に標準被検成分を添加しても試料の被検成分のピークの形状が崩れないことにより試験を行う．

純度は，通例，試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法，又は面積百分率法により試験を行う．別に規定するもののほか，試料の異性体比は面積百分率法により求める．

面積百分率法は，クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を 100 とし，それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める．ただし，正確な組成比を得るためには混在物の主成分に対する感度比に基づくピーク面積の補正を行う．

定　量

（1）　内標準法　内標準法においては，一般に，被検成分になるべく近い保持時間を持ち，いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ．医薬品各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する．この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから，内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める．この比を縦軸に，標準被検成分量，又は内標準物質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し，検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．通例，標準溶液の規定量を繰り返し注入し，得られたそれぞれのクロマトグラムから，内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め，その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる．

（2）　絶対検量線法　標準被検試料を段階的にとり，標準溶液を調製し，この一定量ずつを正確に，再現性よく注入する．得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ，横軸に標準被検成分量をとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で試料溶液を調製する．次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．この方法は，注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件

に保って行う．通例，標準溶液の規定量を繰り返し注入し，得られたそれぞれのクロマトグラムから，標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを求め，その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる．

ピーク測定法

通例，次の方法を用いる．

（1）　ピーク高さ測定法

（i）　ピーク高さ法　ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線（基線）との交点から頂点までの長さを測定する．

（ii）　自動ピーク高さ法　検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する．

（2）　ピーク面積測定法

（i）　半値幅法　ピーク高さの中点におけるピーク幅にピーク高さを乗じる．

（ii）　自動積分法　検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク面積として測定する．

用　語

試験の再現性　試験操作は医薬品各条の設定時とは異なる状況のもとで行われる．このために試験の再現性は，得られる結果が初期の試験方法の目的に適合していることを検証する一方法として用いる．試験の再現性は，相対標準偏差 S_R（%）で規定する．

シンメトリー係数　クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すものでシンメトリー係数 S として次の式で定義する．

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2f}$$

$W_{0.05h}$：ピークの基線からピーク高さの 1/20 の高さにおけるピーク幅．

f：$W_{0.05h}$ のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離．

ただし，$W_{0.05h}$, f は同じ単位を用いる．

相対標準偏差　通例，次の式により定義される相対標準偏差 S_R（%）で規定する．

$$S_R\,(\%) = \frac{100}{\overline{X}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \overline{X})^2}{n - 1}}$$

x_i＝測定値

$\overline{X}$：測定値の平均値

n：測定回数

ピークの完全分離　ピークが完全に分離するとは，分離度 1.5 以上を意味する．

分離係数　クロマトグラム上のピーク相互の保持時間の関係を示すもので分離係数 α として，次の式で定義される．分離係数 α は，二つの物質の分配の熱力学的な差違の指標で，基本的には，二つの物質の分配平衡係数の比又は二つの物質の質量分布比の比であるが，二つの物質の保持時間の比としてクロマトグラムから求める．

$$\alpha = \frac{t_{R2} - t_0}{t_{R1} - t_0}$$

t_{R1}, t_{R2}：分離度測定に用いる二つの物質の保持時間．ただし，$t_{R1} < t_{R2}$.

t_0：移動相のカラム通過時間（$k = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間）

分 離 度　クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係を示すもので分離度 R_S として，次の式で定義する．

$$R_S = 1.18 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{W_{0.5h1} + W_{0.5h2}}$$

t_{R1}, t_{R2}：分離度測定に用いる二つの物質の保持時間．ただし，$t_{R1} < t_{R2}$.

$W_{0.5h1}$, $W_{0.5h2}$：それぞれのピークの高さの中点におけるピーク幅．

ただし，t_{R1}, t_{R2}, $W_{0.5h1}$, $W_{0.5h2}$ は同じ単位を用いる．

理論段数　カラム中における物質のバンドの広がりの度合いを示すもので，通例，次の式で定義する．

$$N = 5.54 \times \frac{t_R{}^2}{W_{0.5h}{}^2}$$

t_R：物質の保持時間

$W_{0.5h}$：ピーク高さの中点におけるピーク幅．

ただし，t_R, $W_{0.5h}$ は同じ単位を用いる．

注意：標準被検試料，内標準物質，試験に用いる試薬及び試液は測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる．

医薬品各条の操作条件のうち，カラムの内径及び長さ，充てん剤の粒径，カラム温度，移動相の組成比，移動相の緩衝液組成，移動相の pH，移動相のイオン対形成剤濃度，移動相の塩濃度，切り替え回数，切り替え時間，グラジエントプログラム及びその流量，誘導体化試薬の組成及び流量，移動相の流量並びに反応時間及び化学反応槽温度は，規定された溶出順序，分離度，シンメトリー係数及び相対標準偏差が得られる範囲内で一部変更することができる．

2.02　ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは，適当な固定相を用いて作られたカラムに，試料混合物を注入し，移動相として気体（キャリヤーガス）を用い，固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し，分析する方法であり，気体試料又は気化できる試料に適用でき，物質の確認，純度の試験又は定量などに用いる．

与えられたカラムに注入された混合物は各成分に固有の比率 k で，移動相と固定相に分布する．

$$k = \frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率 k と移動相のカラム通過時間 t_0（$k = 0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間）及び保持時間 t_R（測定試料の注入時からピークの頂点までの時間）との間には次の関係があるので，同一条件では，保持時間は物質に固有の値となる．

$$t_R = (1 + k)\, t_0$$

装　置

通例，キャリヤーガス導入部及び流量制御装置，試料導入装置，カラム，カラム恒温槽，検出器及び記録装置からなり，必要ならば燃焼ガス，助燃ガス及び付加ガスなどの導入装置並びに流量制御装置，ヘッドスペース用試料導入装置などを用いる．キャリヤーガス導入部及び流量制御装置は，キャリヤーガスを一定流量でカラムに送るもので，通例，調圧弁，流量調節弁及び圧力計などで構成される．試料導入装置は，一定量の試料を正確に再現性よくキャリヤーガス流路中に導入するための装置で，充てんカラム用とキャピラリーカラム用がある．なお，キャピラリーカラム用試料導入装置には，分割導入方式と非分割導入方式の装置がある．通例，カラムは，充てんカラム及びキャピラリーカラムの二種類に分けられる．充てんカラムは，一定の大きさにそろえたガスクロマトグラフィー用充てん剤を不活性な金属，ガラス又は合成樹脂などの管に均一に充てんしたものである．なお，充てんカラムのうち，内径が 1 mm 以下のものは，充てんキャピラリーカラム（マイクロパックドカラム）ともいう．キャピラリーカラムは，不活性な金属，ガラス，石英又は合成樹脂などの管の内面にガスクロマトグラフィー用の固定相を保持させた中空構造のものである．カラム恒温槽は，必要な長さのカラムを収容できる容積があり，カラム温度を一定の温度に保つための温度制御機構を持つものである．検出器は，カラムで分離された成分を検出するもので，アルカリ熱イオン化検出器，炎光光度検出器，質量分析計，水素炎イオン化検出器，電子捕獲検出器，熱伝導度検出器などがある．記録装置は検出器により得られる信号の強さを記録するものである．

操 作 法

別に規定するもののほか，次の方法による．装置をあらかじめ調整した後，医薬品各条に規定する操作条件の検出器，カラム及びキャリヤーガスを用い，キャリヤーガスを一定流量で流し，カラムを規定の温度で平衡にした後，医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて系内に注入する．分離された成分を検出器により検出し，記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる．

確認及び純度の試験

確認は，試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること又は試料に標準被検成分を添加しても，試料の被検成分のピークの形状が崩れないことにより試験を行う．

純度は，通例，試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法又は面積百分率法により試験を行う．別に規定するもののほか，試料の異性体比は面積百分率法により求める．

面積百分率法は，クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を 100 とし，それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める．ただし，正確な組成比を得るためには，混在物の主成分に対する感度比に基づくピーク面積の補正を行う．

定　量

通例，内標準法によるが，適当な内標準物質が得られない場合は絶対検量線法による．定量結果に対して被検成分以外の成分の影響が無視できない場合は標準添加法による．

（1） 内標準法　内標準法においては，一般に，被検成分になるべく近い保持時間を持ち，いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ．医薬品各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する．この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから，内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める．この比を縦軸に，標準被検成分量，又は内標準物質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し，検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．通例，標準溶液などの規定量を繰り返し注入し，得られたそれぞれのクロマトグラムから内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め，その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる．

（2） 絶対検量線法　標準被検試料を段階的にとり，標準溶液を調製し，この一定量ずつを正確に再現性よく注入する．得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ，横軸に標準被検成分量をとり，検量線を作成する．この検量線は，通例，原点を通る直線となる．次に医薬品各条に規定する方法で試料溶液を調製する．次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ，被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し，検量線を用いて被検成分量を求める．

医薬品各条では，通例，上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し，医薬品各条で規定するそれぞれの量につき，同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める．この方法は全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う．通例，標準溶液などの規定量を繰り返し注入し，得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを求め，その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる．

（3） 標準添加法　試料の溶液から 4 個以上の一定量の液を正確にとる．このうちの 1 個を除き，採取した液に被検成分の標準溶液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える．これらの液及び先に除いた 1 個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し，それぞれ試料溶液とする．この液の一定量ずつを正確に再現性よく注入して得られたクロマトグラムから，それぞれのピーク面積を求める．それぞれの試料溶液に加えられた被検成分の濃度を算出し，横軸に標準溶

液の添加による被検成分の増加量，縦軸にピーク面積をとり，グラフにそれぞれの値をプロットし，関係線を作成する．関係線の横軸との交点と原点との距離から被検成分量を求める．通例，標準溶液などの規定量を繰り返し注入し，得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積を求め，その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる．なお，本法は，絶対検量線法で被検成分の検量線を作成するとき，検量線が，原点を通る直線であるときに適用できる．また，全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う．

ピーク測定法

通例，次の方法を用いる．

（1）　ピーク高さ測定法

（i）　ピーク高さ法　ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線（基線）との交点から頂点までの長さを測定する．

（ii）　自動ピーク高さ法　検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する．

（2）　ピーク面積測定法

（i）　半値幅法　ピーク高さの中点におけるピーク幅にピーク高さを乗じる．

（ii）　自動積分法　検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク面積として測定する．

用　語

液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉の用語の定義を準用する．

注意：標準被検試料，内標準物質，試験に用いる試薬及び試液は測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる．

医薬品各条の操作条件のうち，カラムの内径及び長さ，充てん剤の粒径，固定相の濃度，カラム温度，キャリヤーガスの流量は，規定された流出順序，分離度，シンメトリー係数及び相対標準偏差が得られる範囲内で一部変更することができる．また，ヘッドスペース用試料導入装置及びその操作条件は，規定の方法以上の真度及び精度が得られる範囲内で変更することができる．

2.03　薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは，適当な固定相で作られた薄層を用い，混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり，物質の確認又は純度の試験などに用いる．

薄層板の調製

通例，次の方法による．

50 mm × 200 mm 又は 200 mm × 200 mm の平滑で均一な厚さのガラス板を用い，その片面に，医薬品各条に規定する固定相固体の粉末を水で懸濁した液を適当な器具を用いて 0.2 ～ 0.3 mm の均一の厚さに塗布する．風乾後，105 ～ 120 ℃ の間の一定温度で 30 ～ 60 分間加熱，乾燥して調製し，薄層板とする．ガラス板の代わりに適当なプラスチック板を使うことができる．薄層板は湿気を避けて保存する．

操 作 法

別に規定するもののほか，次の方法による．

薄層板の下端から約 20 mm の高さの位置を原線とし，左右両側から少なくとも 10 mm 離し，原線上に医薬品各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を，マイクロピペットなどを用いて約 10 mm 以上の適当な間隔で直径 2 ～ 6 mm の円形状にスポットし，風乾する．次に別に規定するもののほか，あらかじめ展開用容器の内壁に沿ってろ紙を巻き，ろ紙を展開溶媒で潤し，更に展開溶媒を約 10 mm の深さに入れ，展開用容器を密閉し，常温で約 1 時間放置し，これに先の薄層板を器壁に触れないように入れ，容器を密閉し，常温で展開を行う．

展開溶媒の先端が原線から医薬品各条に規定する距離まで上昇したとき，薄層板を取り出し，直ちに溶媒の先端の位置に印を付け，風乾した後，医薬品各条に規定する方法によって，それぞれのスポットの位置及び色などを調べる．R_f 値は次の式によって求める．

$$R_f = \frac{\text{原線からスポットの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

分光学的測定法

2.21　核磁気共鳴スペクトル測定法

核磁気共鳴（以下「NMR」という．）スペクトル測定法は，静磁場に置かれた物質の構成原子核がその核に特有の周波数のラジオ波に共鳴して低エネルギーの核スピン状態から高エネルギーの核スピン状態に遷移することに伴ってラジオ波を吸収する現象を利用したスペクトル測定法であり，測定対象とする核は主に ^{1}H，^{13}C，^{15}N，^{19}F，^{31}P などである．

原子核の核スピン I は，0，1/2，1，3/2，…，n/2（ただし，n は整数）などの値（^{1}H 及び ^{13}C では I = 1/2）をとる．核を磁場の中に置くと，核モーメントは磁気量子数 m_I に従って $2I + 1$（^{1}H，^{13}C などでは 2）個の方向に配向する．配向したエネルギー準位間に遷移を起こさせるには次式の周波数 ν のラジオ波を与える必要がある．すなわち，磁気回転比 γ の核を外部磁場 H_0 の中に置いたとき

$$\nu = \gamma \cdot \frac{H_0}{2\pi}$$

γ：磁気回転比

H_0：外部磁場

であるから，周波数 ν のラジオ波の照射によって共鳴条件が満たされ，その周波数のラジオ波の吸収（NMR シグナル）が観測される．どのような環境の核に対しても吸収の係数（遷移の確率）は一定であるので，得られた NMR シグナル強度は基本的に共鳴核の数に比例する．このような遷移によって高エネルギー準位に偏った核スピンは，一定時間後に再び熱平衡分布にもどる（緩和する）が，これに要する時間を緩和時間という．

分子を磁場の中に置くと分子内の電子が核を外部磁場から遮蔽する．分子内での核の環境が異なるとその遮蔽の度合も異なるので，それぞれの異なる環境の核の共鳴周波数も異なることになり，別々のシグナルとして観測される．このシグナルの位置は化学シフト δ として表現される．共鳴周波数は磁場に比例して変化するので，磁場によらない量として，化学シフト

を次式のとおり定義する．

$$\delta = \frac{\nu_S - \nu_R}{\nu_R} + \delta_R$$

ν_S：試料核の共鳴周波数
ν_R：基準核の共鳴周波数
δ_R：基準核の化学シフト（0 でない場合）

化学シフトは，通例，基準物質（基準核）のシグナルの位置を 0 とした ppm 単位で表すが，基準物質のシグナル位置が 0 とできない場合は，その基準物質のあらかじめ定められている化学シフトを用いて補正する．

分子内の各核における磁場は，周囲の電子の寄与（核遮へい）だけでなく分子中の他の核磁石（核スピンを持っている核は，それ自身が一つの磁石である）の影響下にもあるので，核磁石間の化学結合によるカップリングによってシグナルは分裂する．この分裂の間隔をスピン–スピン結合定数 J という．J はヘルツ（Hz）単位で表す．J は外部磁場の大きさに依存せず，分裂のパターンは相互作用する核の数が増すにつれ複雑になる．

NMR スペクトルからは基本的には化学シフト，スピン–スピン結合定数，シグナル面積強度（^{1}H 核では数に比例するが，^{13}C 核などでは核オーバーハウザー効果（NOE）及び緩和などの影響を受ける），緩和時間の 4 つのパラメータが得られ，これらを利用して物質の構造解析，確認又は定量を行うことができる．

構造解析のために，デカップリング，NOE，二次元 NMR などの種々の手法を用いることができる．

装　置

NMR スペクトルの測定は次のいずれかの装置による．

（1）　パルスフーリエ変換 NMR（FT–NMR）スペクトル測定装置

強力なラジオ周波数パルスで観測核を全周波数領域にわたって同時に励起する．パルスを切った後の FID（free induction decay，自由誘導減衰）を観測し，強度の時間関数である FID をフーリエ変換により周波数関数に変換してスペクトルを得る（図 2.21－1）．FT–NMR では，観測周波数に応じたデータポイント数，パルス角，取り込み時間，遅延時間及び積算回数などを適切に設定する．

最近では，（2）に示す連続波 NMR スペクトル測定装置よりも，高感度及び高度な測定が可能である FT–NMR が通常使用される．

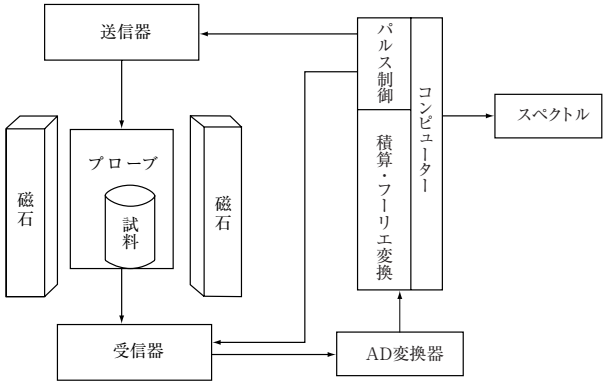


図 2.21－1　FT–NMR 装置

（2）　連続波 NMR（CW–NMR）スペクトル測定装置

CW 法は，磁場又はラジオ周波数を連続的に変化させて，観測核の化学シフトの範囲を掃引する（図 2.21－2）．

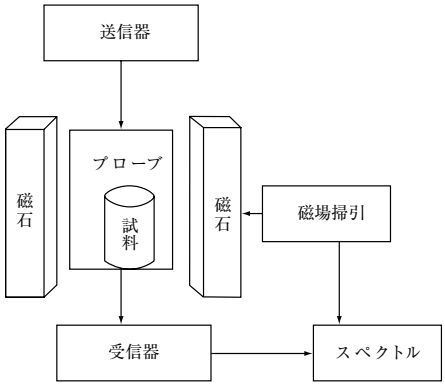


図 2.21－2　CW–NMR 装置

操 作 法

装置の感度及び分解能をエチルベンゼン，1,2–ジクロロベンゼン又はアセトアルデヒドの NMR 測定用重水素化溶媒溶液などを用いて至適条件に調整した後，通例，次の方法でスペクトルを測定する．

（1）　試料を溶媒に溶かし，少量の基準物質を加え，その溶液を NMR 試料管に注入する内部基準法，又は基準物質の溶液を封入した細管を試料溶液とともに NMR 試料管に入れる外部基準法のいずれかの方法で用意した試料管を NMR プローブに設置して測定する．試料溶液は完全に均一な溶液であることが望ましい．特に，固形の異物の混入があると良いスペクトルが得られない．測定溶媒としては，通例 NMR 測定用重水素化溶媒を用いる．溶媒の選択に当たっては，（i）試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと，（ii）試料をよく溶かすこと，（iii）試料と反応しないことなどを考慮する必要がある．更に，溶媒の種類，溶液の濃度，重水素イオン濃度などにより化学シフトが変化することがあり，また，試料溶液の粘度が高い場合には分解能が低下するので注意する．

（2）　基準物質としては，NMR 測定用試薬を用いる．通例，^{1}H，^{13}C いずれも測定溶媒として有機溶媒を用いた場合はテトラメチルシラン（TMS）を，重水を用いた場合は 3–トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム（DSS）又は 3–トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム–d_4（TSP）を用いる．その他の核では，^{15}N はニトロメタン，^{19}F はトリクロロフルオロメタン，^{31}P はリン酸などを用いる．また，基準物質を入れずに，重水素化溶媒中の残留プロトンや測定溶媒の ^{13}C の化学シフトを用いることもできる．

装置及び測定条件の記載

測定条件の違いによりスペクトルは異なるので，スペクトルの比較などを適切に行うために，測定に用いた装置名，装置の周波数，測定溶媒，測定温度，試料濃度，基準物質，測定手法などの測定条件を記載する．

確認方法

医薬品各条に規定する方法により試料溶液を調製し，操作法

の項に規定する方法により試験を行う．通例，^{1}H NMR の場合，次に示す方法により確認を行う．

（1）　化学シフト，多重度及び面積強度比による確認

確認しようとする物質の化学シフト，多重度，各シグナルの面積強度比が医薬品各条で定められている場合，規定されたすべてのシグナルの化学シフト，多重度及び各シグナルの面積強度比が適合するとき，試料と確認しようとする物質の同一性が確認される．

（2）　標準品による確認

同一測定条件での試料スペクトルと標準品スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一化学シフトのところに同様の多重度のシグナルを与え，同様の各シグナルの面積強度比を与えるとき，試料と標準品の同一性が確認される．

^{1}H NMR 及び ^{13}C NMR の各種測定法

NMR 測定法には一次元 NMR 及び二次元 NMR 更には三次元以上の多次元 NMR があり，種々の目的に応じて使われている．

一次元 ^{1}H NMR では，カップリングの相関を帰属できるスピンデカップリング及び空間的に近接する ^{1}H 間の相関が観測され，立体配置や立体配座を解析できる NOE がある．

一次元 ^{13}C NMR では，スペクトルを単純化するとともに，NOE による感度向上を得ることができる広帯域デカップリング，観測核に直接結合している磁気モーメントの大きい ^{1}H からの分極移動を利用して感度を向上させる INEPT（分極移動による低感度核の感度増大法）及び DEPT（分極移動による無歪感度増大法）が通常用いられ，1 級，2 級，3 級及び 4 級炭素の決定に利用できる．

二次元 NMR では，スピン結合又は NOE により相関している核間の相関ピークを一度の測定ですべて観測することが可能であり，同核種間，異核種間で多くの測定法がある．代表的な測定法を以下に示す．

COSY（相関分光法），HOHAHA（Hartmann–Hahn 効果分光法）又は TOCSY（全相関分光法）：スピン結合している ^{1}H 間の相関が得られ，分子内の水素の化学結合関係がわかる．

NOESY（二次元 NOE 及び化学交換分光法）：NOE 効果を二次元で測定し，空間的に近い距離にある水素原子間のおおよその距離が得られ，立体構造の知見を得ることができる．

INADEQUATE（天然存在比での二量子遷移分光法）：天然存在比での ^{13}C–^{13}C のスピン結合による二量子遷移によるので，感度が非常に悪いが，隣接した ^{13}C 核間の相関が得られ，炭素骨格を直接解析できる．

HMQC（異核種間多量子コヒーレンス分光法）：直接スピン結合した ^{1}H と ^{13}C 間の相関を ^{1}H 検出で高感度に観測する測定法であり，分子内の水素と炭素の直接の化学結合がわかる．

HMBC（異核種間遠隔相関分光法）：遠隔スピン結合している ^{1}H と ^{13}C 間の相関を ^{1}H 検出で高感度に観測でき，水素と炭素の化学結合関係がわかる．

その他に，J 分解二次元スペクトル，DQF–COSY（二量子フィルター相関分光法），HSQC（異核種間一量子コヒーレンス分光法）等数多くの手法があり，更に，高分子化合物では多次元 NMR も利用される．

2.22　蛍光光度法

蛍光光度法は，蛍光物質の溶液に特定波長域の励起光を照射するとき，放射される蛍光の強度を測定する方法である．この方法はリン光物質にも適用される．

蛍光強度 F は，希薄溶液では，溶液中の蛍光物質の濃度 c 及び層長 l に比例する．

$$F = kI_0\phi\varepsilon cl$$

k：比例定数

I_0：励起光の強さ

ϕ：蛍光又はリン光の量子収率

$$\text{量子収率 } \phi = \frac{\text{発光した蛍光又はリン光量子の数}}{\text{吸収した励起光量子の数}}$$

ε：励起光の波長におけるモル吸光係数

装　置

通例，蛍光分光光度計を用いる．

光源としてはキセノンランプ，レーザー，アルカリハライドランプなど励起光を安定に放射するものを用いる．蛍光測定には，通例，層長 1 cm × 1 cm の四面透明で無蛍光の石英製セルを用いる．

操 作 法

励起スペクトルは，蛍光分光光度計の蛍光波長を適切な波長に固定しておき，励起波長を変化させて試料溶液の蛍光強度を測定し，励起波長と蛍光強度との関係を示す曲線を描くことによって得られる．また，蛍光スペクトルは，適切な波長に固定した励起光を蛍光物質の希薄溶液に照射して得られる蛍光を，少しずつ異なった波長で測定し，波長と蛍光強度との関係を示す曲線を描くことによって得られる．必要ならば，装置の分光特性を加味したスペクトルの補正を行う．

蛍光強度は，通例，蛍光物質の励起及び蛍光スペクトルの極大波長付近において測定するが，蛍光強度はわずかな条件の変化に影響されるので比較となる標準の溶液を用いる．

別に規定するもののほか，医薬品各条に規定する方法で調製した標準溶液及び試料溶液並びに対照溶液につき，次の操作を行う．励起光及び蛍光波長を規定する測定波長に固定し，次にゼロ点を合わせた後，標準溶液を入れた石英セルを試料室の光路に置き，蛍光強度が 60 ～ 80 % 目盛りを示すように調整する．次に，試料溶液及び対照溶液の蛍光強度（% 目盛り）を同じ条件で測定する．波長幅は，特に規定するもののほか適当に定める．

注意：蛍光強度は溶液の濃度，温度，pH，溶媒又は試薬の種類及びそれらの純度などによって影響されることが多い．

2.23　原子吸光光度法

原子吸光光度法は，光が原子蒸気層を通過するとき，基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し，試料中の被検元素量（濃度）を測定する方法である．

装　置

通例，光源部，試料原子化部，分光部，測光部及び表示記録

部からなる．また，バックグラウンド補正部を備えたものもある．光源部には中空陰極ランプ又は放電ランプなどを用いる．試料原子化部はフレーム方式，電気加熱方式及び冷蒸気方式があり，冷蒸気方式は更に還元気化法，加熱気化法に分けられる．フレーム方式はバーナー及びガス流量調節器，電気加熱方式は電気加熱炉及び電源部，冷蒸気方式は還元気化器や加熱気化器などの水銀発生部及び吸収セルからなる．分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる．測光部は検出器及び信号処理系からなる．表示記録部にはディスプレイ，記録装置などがある．バックグラウンド補正部はバックグラウンドを補正するためのもので，方式には連続スペクトル光源方式，ゼーマン方式，非共鳴近接線方式，自己反転方式がある．

その他の特殊な装置として，水素化物発生装置及び加熱吸収セルがあり，セレンなどの分析に用いることができる．水素化物発生装置には，貯留式又は連続式があり，加熱吸収セルには，フレームによる加熱用又は電気炉による加熱用のものがある．

操 作 法

別に規定するもののほか，次のいずれかの方法による．

（1） フレーム方式　別に規定する光源ランプを装てんし，測光部に通電する．光源ランプを点灯し，分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後，適当な電流値とスリット幅に設定する．次に別に規定する支燃性ガス及び可燃性ガスを用い，これらの混合ガスに点火してガス流量，圧力を調節し，溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う．別に規定する方法で調製した試料溶液をフレーム中に噴霧し，その吸光度を測定する．

（2） 電気加熱方式　別に規定する光源ランプを装てんし，測光部に通電する．光源ランプを点灯し，分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後，適当な電流値とスリット幅に設定する．次に別に規定する方法で調製した試料溶液の一定量を電気加熱炉（発熱体）に注入し，適当な流量のフローガスを流し，温度，時間，加熱モードを適当に設定して，乾燥，灰化，原子化を行い，その吸光度を測定する．

（3） 冷蒸気方式　低圧水銀ランプを装てんし，測光部に通電する．光源ランプを点灯し，分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後，適当な電流値とスリット幅に設定する．次に還元気化法では，別に規定する方法で調製した試料溶液を密閉器にとり，適当な還元剤を加えて元素になるまで還元した後，気化させる．また，加熱気化法では試料を加熱して気化させる．これらの方法によって生じた原子蒸気の吸光度を測定する．

定 量 法

通例，次のいずれかの方法による．なお，定量に際しては，干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある．

（1） 検量線法　3 種以上の濃度の異なる標準溶液を調製し，それぞれの標準溶液につき，その吸光度を測定し，得られた値から検量線を作成する．次に測定可能な濃度範囲に調製した試料溶液の吸光度を測定した後，検量線から被検元素量（濃度）を求める．

（2） 標準添加法　同量の試料溶液 3 個以上をとり，それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準溶液を添加し，更に溶媒を加えて一定容量とする．それぞれの溶液につき，吸光度を測定し，横軸に添加した標準被検元素量（濃度），縦軸に吸光度をとり，グラフにそれぞれの値をプロットする．プロットから得られた回帰線を延長し，横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める．ただし，この方法は，（1）による検量線が原点を通る直線の場合にのみ適用できる．

（3） 内標準法　内標準元素の一定量に対し，標準被検元素の既知量をそれぞれ段階的に加え，標準溶液を調製する．それぞれの溶液につき，各元素の分析線波長で標準被検元素による吸光度及び内標準元素による吸光度を同一条件で測定し，標準被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求める．横軸に標準被検元素量（濃度），縦軸に吸光度の比をとり，検量線を作成する．次に試料溶液の調製には，あらかじめ標準溶液の場合と同量の内標準元素を加える．次に検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求め，検量線から被検元素量（濃度）を求める．

注意：試験に用いる試薬，試液及びガスは測定の妨げとならないものを用いる．

2.24 紫外可視吸光度測定法

紫外可視吸光度測定法は，通例，波長 200 nm から 800 nm までの範囲の光が，物質により吸収される度合いを測定し，物質の確認，純度の試験及び定量などを行う方法である．ただし，原子吸光光度計を用いる方法は，別に規定する方法による．

単色光が，ある物質の溶液を通過するとき，透過光の強さ I の入射光の強さ I_0 に対する比率を透過度 t といい，これを百分率で表したものを透過率 T という．また透過度の逆数の常用対数を吸光度 A という．

$$t = \frac{I}{I_0} \qquad T = \frac{I}{I_0} \times 100 = 100\,t \qquad A = \log \frac{I_0}{I}$$

吸光度 A は溶液の濃度 c 及び層長 l に比例する．

$A = kcl$　（k は定数）

l を 1 cm，c を吸光物質の濃度 1 mol/L の溶液に換算したときの吸光度をモル吸光係数 ε という．吸収極大波長におけるモル吸光係数は ε_{max} で表す．

物質の溶液に光を通すとき，吸光度はその光の波長によって異なる．したがって，少しずつ波長の異なった光について吸光度を測定し，それらの吸光度と波長との関係を示す曲線を描くことにより，紫外可視吸収スペクトル（以下「吸収スペクトル」という）が得られる．この吸収スペクトルから，その物質の吸収極大波長 λ_{max} 及び吸収極小波長 λ_{min} を知ることができる．また，吸収スペクトルはその物質の化学構造によって定まる．したがって，特定の波長範囲の吸収スペクトルを測定して参照スペクトルあるいは標準品の吸収スペクトルと比較するか，吸収極大波長などを測定するか，又は特定の二つの波長における吸光度の比を測定することなどによって，物質の確認を行うことができる．更に吸収極大波長における一定濃度の溶液などの吸光度を測定し，一定濃度の標準溶液などの吸光度と比較することによって，定量を行うことができる．

装置及び調整法

測定装置として分光光度計又は光電光度計を用いる．

あらかじめ分光光度計又は光電光度計に添付されている操作方法により装置を調整した後，波長及び透過率が以下の試験に適合することを確認する．

波長は，波長校正用光学フィルターを用い，それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長付近における透過率を測定し，透過率が極小値を示す波長を読み取る試験を行うとき，その測定波長と基準値の波長のずれは ±0.5 nm 以内で，測定を 3 回繰り返して行うとき，測定値はいずれも平均値 ±0.2 nm 以内である．なお，低圧水銀ランプの 253.65 nm，365.02 nm，435.84 nm，546.07 nm 又は重水素放電管の 486.00 nm，656.10 nm の輝線を用いて試験を行うことができる．このときの測定波長と輝線の波長とのずれは ±0.3 nm 以内で，測定を 3 回繰り返して行うとき，測定値はいずれも平均値 ±0.2 nm 以内である．

透過率又は吸光度は，透過率校正用光学フィルターを用い，それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長における透過率を読み取る試験を行うとき，その測定透過率と基準透過率のずれは試験成績書に示された相対精度の上限値及び下限値にそれぞれ 1 % を加えた値以内で，測定を 3 回繰り返して行うとき，吸光度の測定値（あるいは透過率の測定値を吸光度に換算した値）は，吸光度が 0.500 以下のとき，いずれも平均値 ±0.002 以内にあり，吸光度が 0.500 を超えるとき，いずれも平均値 ±0.004 以内にある．なお，同一波長において透過率の異なる透過率校正用光学フィルターの複数枚を用い，透過率の直線性の確認を行うことが望ましい．

操 作 法

あらかじめ装置及び調整法の項に規定する方法により調整した装置を用い，光源，検出器，装置の測定モード，測定波長又は測定波長範囲，スペクトル幅及び波長走査速度などを選択し，設定する．装置を作動させ一定時間放置し，装置が安定に作動することを確認する．次に，通例，試料光路にシャッターを入れて光を遮り，測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値がゼロ%になるように調整する．更にシャッターを除き，測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値が 100 %（又は吸光度がゼロ）になるように調整する．

対照液などを入れたセルを光路に入れる．通例，対照液などを入れたセルを試料光路及び対照光路に置き，透過率の指示値を 100 %（又は吸光度をゼロ）に調整する．

対照液には，別に規定するもののほか，試験に用いた溶媒を用いる．

次に測定しようとする溶液などを入れたセルを試料光路に入れ，目的とする測定波長における吸光度又は目的とする測定波長範囲における吸収スペクトルを測定する．

なお，紫外部の吸収測定には石英製，可視部の吸収測定にはガラス製又は石英製のセルを用い，別に規定するもののほか，層長は 1 cm とする．また紫外部の吸収測定に用いる溶媒の吸収については特に考慮し，測定の妨げにならないものを用いる．

比吸光度

日本薬局方では，l を 1 cm，c を薬品の濃度 1 w/v% の溶液に換算したときの吸光度を比吸光度といい，$E^{1\%}_{1cm}$ で表す．

$$E^{1\%}_{1cm} = \frac{A}{c \times l}$$

l：層長（cm）
A：吸光度
c：溶液の濃度（w/v%）

医薬品各条に，例えば，$E^{1\%}_{1cm}$（241 nm）：500 ～ 530（乾燥後，2 mg，メタノール，200 mL）と規定するものは，本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し，その約 2 mg をミクロ化学はかりを用いて精密に量り，メタノールに溶かして正確に 200 mL とし，この液につき，層長 1 cm で波長 241 nm における吸光度を操作法の項に規定する方法により測定するとき，$E^{1\%}_{1cm}$ が 500 ～ 530 であることを示す．

確認試験

医薬品各条に規定する方法により試料溶液を調製し，操作法の項に規定する方法により試験を行う．試料溶液から得た吸光度又は吸収スペクトルを用い，通例，次に示す方法を単独又は組み合わせた方法により確認を行う．ただし，装置の器差により生じると推定されるスペクトルの微少な差は無視できるものとする．

（1）参照スペクトルによる確認

試料から得られた吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波長のところに同様の強度の吸収を与えるとき，互いの同一性が確認される．なお，比較する波長範囲は，参照スペクトルに示される範囲とする．

参照スペクトル

紫外可視吸光度測定法による確認試験において，この参照スペクトルによる試験の方法が設定された医薬品各条品目について，比較の際の対象となる参照スペクトルが「参照紫外可視吸収スペクトル」の項に規定されている．

（2）標準品による確認

試料から得られた吸収スペクトルと確認しようとする物質の標準品から得られた吸収スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波長のところに同様の強度の吸収を与えるとき，互いの同一性が確認される．なお，比較する波長範囲は，参照スペクトルに示される範囲とする．ただし，参照スペクトルが示されていないときは医薬品各条に規定する波長範囲で比較する．

（3）吸収波長による確認

試料から得られた吸収スペクトルの吸収極大波長が確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸収極大波長範囲に含まれるかどうかを検討し，試料から得られた吸収極大波長が医薬品各条の規定に合致するとき，試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される．

（4）特定の二つ以上の波長における吸光度の比による確認

試料から得られた吸収スペクトルの特定の二つ以上の波長における吸光度の比を求め，確認しようとする物質の医薬品各条に規定される吸光度の比の値と比較し，試料から得られた吸光度の比が医薬品各条の規定に合致するとき，試料と医薬品各条医薬品の同一性が確認される．

定　量

医薬品各条に規定する方法で対照液，試料溶液及び標準溶液

を調製し，操作法の項に規定する方法により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度を求め，両者の吸光度を比較することにより定量しようとする物質の量を求める．

2.25 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は，赤外線が試料を通過するときに吸収される度合いを，各波数について測定する方法である．赤外吸収スペクトルは通例，横軸に波数を，縦軸に透過率又は吸光度をとったグラフで示される．吸収ピークの波数及び透過率（又は吸光度）はグラフ上で読み取ることができるほか，データ処理装置による算出値を用いることができる．赤外吸収スペクトルの吸収波数とその強度は，対象とする物質の化学構造によって定まることから，物質の確認又は定量のために用いることができる．

装置及び調整法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる．

あらかじめ分光光度計を調整した後，分解能，透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する．厚さ約 0.04 mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき，得られた吸収スペクトルの 2870 cm^{-1} 付近の極小と 2850 cm^{-1} 付近の極大における透過率（%）の差は 18 % 以上である．また，1589 cm^{-1} 付近の極小と 1583 cm^{-1} 付近の極大の透過率（%）の差は 12 % 以上である．

波数目盛りは，通例，ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数（cm^{-1}）のうち，いくつかを用いて補正する．なお，（ ）内の数値はこれらの値の許容範囲を示す．

3060.0（±1.5）　2849.5（±1.5）　1942.9（±1.5）
1601.2（±1.0）　1583.0（±1.0）　1154.5（±1.0）
1028.3（±1.0）

ただし，分散形装置を用いる場合の許容範囲は，1601.2 cm^{-1} における吸収波数が 1601.2±2.0 cm^{-1}，1028.3 cm^{-1} における吸収波数が 1028.3±2.0 cm^{-1} の範囲内にあることとする．

透過率及び波数の再現性は，ポリスチレン膜の 3000 ～ 1000 cm^{-1} における数点の吸収を 2 回繰り返し測定するとき，透過率の差は 0.5 % 以内とし，波数の差は 3000 cm^{-1} 付近で 5 cm^{-1} 以内，1000 cm^{-1} 付近で 1 cm^{-1} 以内とする．

試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか，医薬品各条に「乾燥し」とあるときは，乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる．試料は主な吸収帯の透過率が 5 ～ 80 % の範囲になるように次のいずれかの方法によって調製する．窓板は塩化ナトリウム，臭化カリウムなどを使用する．対照は，通例，複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され，単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される．対照のとり方は試料調製法により異なり，測定雰囲気のバックグラウンド吸収が用いられることもある．

医薬品各条で特に規定されるもののほか，通例，試料の吸収スペクトルは波数 4000 ～ 400 cm^{-1} の範囲で測定する．なお，吸収スペクトルの測定は装置の分解能，波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う．

（1） 臭化カリウム錠剤法又は塩化カリウム錠剤法　固体試料 1 ～ 2 mg をめのう製乳鉢で粉末とし，これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 0.10 ～ 0.20 g を加え，湿気を吸わないように注意し，速やかによくすり混ぜた後，錠剤成型器に入れて加圧製錠する．通例，同様にして対照臭化カリウム錠剤又は対照塩化カリウム錠剤を製する．ただし，必要ならば，0.67 kPa 以下の減圧下に錠剤の単位面積（cm^2）当たり 50 ～ 100 kN（5000 ～ 10000 kg）の圧力を 5 ～ 8 分間加えて透明な錠剤を製する．

（2） 溶液法　医薬品各条に規定する方法で調製した試料溶液を液体用固定セルに注入し，通例，試料の調製に用いた溶媒を対照として測定する．なお，本法に用いる溶媒としては，試料との相互作用又は化学反応がなく，窓板を侵さないものを用いる．固定セルの厚さは，通例，0.1 mm 又は 0.5 mm とする．

（3） ペースト法　固体試料 5 ～ 10 mg をめのう製乳鉢で粉末とし，別に規定するもののほか，流動パラフィン 1 ～ 2 滴を加えてよく練り合わせ，試料ペーストを製する．調製した試料ペーストを一枚の窓板の中心部に薄く広げた後，空気が入らないように注意しながら別の窓板で挟んで測定する．

（4） 液膜法　液体試料 1 ～ 2 滴を 2 枚の窓板の間に挟み，測定する．液層を厚くする必要がある場合はアルミニウム箔などを 2 枚の窓板の間に挟み，その中に液体試料がたまるようにする．

（5） 薄膜法　試料を薄膜のまま，又は医薬品各条に規定する方法によって薄膜を調製した後，測定する．

（6） 気体試料測定法　試料を排気した 5 又は 10 cm の長さの光路を持つ気体セルに医薬品各条に規定する圧力で導入し，測定する．必要に応じて 1 m 以上の光路を持つ長光路セルを用いることもある．

（7） ATR 法　ATR（減衰全反射）プリズム面に試料を密着させ，その反射スペクトルを測定する．

（8） 拡散反射法　固体試料 1 ～ 3 mg をめのう製乳鉢で数十マイクロメートル（μm）以下の微粉末とし，これに赤外吸収スペクトル用臭化カリウム又は赤外吸収スペクトル用塩化カリウム 0.05 ～ 0.10 g を加え，湿気を吸わないように注意し，速やかによくすり混ぜた後，試料皿に盛り，その反射スペクトルを測定する．

確認方法

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき，互いの同一性を確認することができる．また，確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条に規定されている場合，吸収の波数が一致していることにより，試料と確認しようとする物質の同一性を確認することができる．

（1） 標準品による確認

試料の吸収スペクトルと標準品の吸収スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき，試料と標準品の同一性が確認される．なお，固体試料の吸収スペクトルが標準品の吸収スペクトルと異なった場合の取り扱いが，医薬品各条に規定されているとき，試

料と標準品を同一の条件で処理した後，再測定を行う．

（2）　参照スペクトルによる確認

試料の吸収スペクトルと確認しようとする物質の参照スペクトルを比較し，両者のスペクトルが同一波数のところに同様の強度の吸収を与えるとき，試料と確認しようとする物質の同一性が確認される．なお，固体試料の吸収スペクトルが参照スペクトルと異なった場合の取り扱いが，医薬品各条に規定されているとき，規定された条件で試料を処理した後，再測定を行う．

（3）吸収波数による確認

確認しようとする物質の特性吸収波数が医薬品各条に規定されている場合，試料による吸収が，規定されたすべての吸収波数で明確に認められるとき，試料と確認しようとする物質の同一性が確認される．

参照スペクトル

医薬品各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき，通例，波数 4000 ～ 400 cm^{-1} における参照スペクトルを，「参照赤外吸収スペクトル」の項に掲げる．ただし，吸収波数による確認法が規定された品目を除く．

その他の物理的試験法

2.41　乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は，試料を医薬品各条に規定する条件で乾燥し，その減量を測定する方法である．この方法は乾燥することによって失われる試料中の水分，結晶水の全部又は一部及び揮発性物質などの量を測定するために用いる．

医薬品各条に，例えば 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）と規定するものは，本品約 1 g を精密に量り，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その減量が本品 1 g につき 10 mg 以下であることを示し，また，0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）と規定するものは，本品約 1 g を精密に量り，酸化リン（V）を乾燥剤としたデシケーターに入れ，4 時間減圧乾燥するとき，その減量が本品 1 g につき 5 mg 以下であることを示す．

操 作 法

はかり瓶をあらかじめ，医薬品各条に規定する方法に準じて 30 分間乾燥し，その質量を精密に量る．試料は医薬品各条に規定する量の ±10 % の範囲内で採取し，はかり瓶に入れ，別に規定するもののほか，その層が 5 mm 以下になるように広げた後，その質量を精密に量り，これを乾燥器に入れ，医薬品各条に規定する条件で乾燥する．試料が大きいときは，手早く粉砕して径 2 mm 以下としたものを用いる．乾燥後，乾燥器から取り出し，質量を精密に量る．加熱して乾燥する場合は，加熱温度を医薬品各条に規定する温度の ±2 ℃ の範囲とし，乾燥後，デシケーター（シリカゲル）で放冷する．

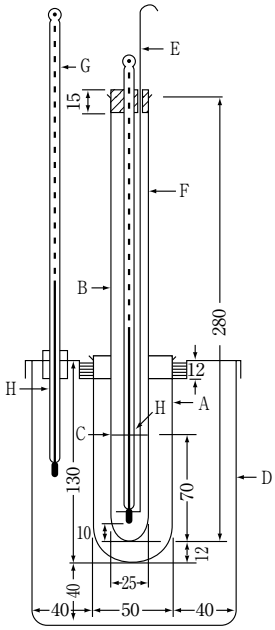
医薬品各条に規定する乾燥温度よりも低温で融解する試料は，融解温度より 5 ～ 10 ℃ 低い温度で，1 ～ 2 時間乾燥した後，医薬品各条に規定する条件で乾燥する．乾燥剤は医薬品各条に規定するものを用い，しばしば取り替える．

2.42　凝固点測定法

凝固点は，次の方法で測定する．

装　置

図 2.42－1 に示すものを用いる．



数字は mm を示す

A：ガラス製円筒（内外の両壁に曇り止めのためシリコン油を塗る．）
B：試料容器（硬質ガラス製試験管で，管の両壁に曇り止めのためシリコン油を塗る．ただし，試料に接する部分には塗らない．A 中にさし込み，コルク栓で固定する．）
C：標線
D：ガラス製又はプラスチック製浴
E：ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒（径 3 mm，下端を外径 18 mm の輪状にしたもの．）
F：浸線付温度計
G：浸線付温度計又は全没式温度計
H：浸線

図 2.42－1

操 作 法

試料を試料容器 B の標線 C まで入れる．試料が固体の場合には，予想した凝固点よりも 20 ℃ 以上高くならないように注意して加温して溶かし，B に入れる．ガラス製又はプラスチック製浴 D に予想した凝固点よりも 5 ℃ 低い温度の水をほぼ全満する．試料が常温で液体の場合には，D の水を予想した凝固点より 10 ～ 15 ℃ 低くする．

試料を B に入れ，A 中にさし込み，浸線付温度計 F の浸線 H を試料のメニスカスに合わせた後，試料の温度が予想した凝固点よりも 5 ℃ 高い温度まで冷却されたとき，かき混ぜ棒 E を毎分 60 ～ 80 回の割合で上下に動かし，30 秒ごとに温度を読む．温度は徐々に下がるが，結晶を析出し始めて温度が一定になるか，又はやや上がり始めたとき，かき混ぜをやめる．通例，温度上昇の後にしばらく維持された最高温度（F の示度）を読み取る．温度上昇の起こらない場合には，しばらく静止した温度を読み取る．連続 4 回以上の読み取り温度の範囲が 0.2 ℃ 以内のとき，その平均値をとり，凝固点とする．

注意：過冷の状態が予想されるときは，B の内壁をこするか，

温度が予想される凝固点に近づいたとき，固体試料の小片を投入して凝固を促進させる．

2.43 強熱減量試験法

強熱減量試験法は，試料を医薬品各条に規定する条件で強熱し，その減量を測定する方法である．この方法は，強熱することによって，その構成成分の一部又は混在物を失う無機薬品について用いる．

医薬品各条に，例えば 40.0 ～ 52.0 %（1 g，450 ～ 550 ℃，3 時間）と規定するものは，本品約 1 g を精密に量り，450 ～ 550 ℃ で 3 時間強熱するとき，その減量が本品 1 g につき 400 ～ 520 mg であることを示す．

操 作 法

あらかじめ，白金製，石英製又は磁製のるつぼ又は皿を医薬品各条に規定する温度で恒量になるまで強熱し，放冷後，その質量を精密に量る．

試料は医薬品各条に規定する量の ±10 % の範囲内で採取し，前記の容器に入れ，その質量を精密に量る．これを医薬品各条に規定する条件で強熱し，放冷後，その質量を精密に量る．放冷はデシケーター（シリカゲル）で行う．

2.44 強熱残分試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

◆強熱残分試験法は，試料を次の操作法によって硫酸の存在下において強熱するとき，揮発せずに残留する物質の量を測定する方法である．この試験法は，通例，有機物中に不純物として含まれる無機物の含量を知るために用いる．

医薬品各条に，例えば 0.1 % 以下（1 g）と規定するものは，本品約 1 g を精密に量り，次の操作法によって強熱するとき，その残分が本品 1 g につき 1 mg 以下であることを示す．また，乾燥後とあるときは，乾燥減量の項の条件で乾燥した後，試料を採取する．◆

操 作 法

あらかじめ，適切なるつぼ（例えば，シリカ製，白金製，石英製又は磁製）を 600±50 ℃ で 30 分間強熱し，デシケーター（シリカゲル又は他の適切な乾燥剤）中で放冷後，その質量を精密に量る．

医薬品各条に規定する量の試料を採取してこのるつぼに入れ，その質量を精密に量る．

次に，試料に硫酸少量，通例，1 mL を加えて潤し，なるべく低温で徐々に加熱して，試料を完全に炭化させる．いったん放冷した後，再び硫酸少量，通例，1 mL で潤して，白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し，更に 600±50 ℃ で強熱して，残留物を灰化する．操作中は，炎をあげて燃焼しないように注意する．るつぼをデシケーター（シリカゲル又は他の適切な乾燥剤）中で放冷し，その質量を精密に量り，残分の百分率を計算する．

残分の百分率が各条に規定された限度値を超える場合には，別に規定するもののほか，更に上記と同様の硫酸による湿潤，加熱及び 30 分間の強熱操作を繰り返し，前後の秤量差が 0.5 mg 以下になるか，又は残分の百分率が各条に規定する限度値以下になったときに試験を終了する．

2.45 屈折率測定法

屈折率測定法は，試料の空気に対する屈折率を測定する方法である．一般に，光が一つの媒質から他の媒質に進むとき，その境界面で進行方向を変える．この現象を屈折という．光が等方性の第 1 の媒質から第 2 の媒質に入るとき，入射角 i の正弦と屈折角 r の正弦との比は，入射角によらずに，この二つの媒質間では一定で，これを第 2 の媒質の第 1 の媒質に対する屈折率又は相対屈折率といい，n で表す．

$$n = \frac{\sin i}{\sin r}$$

第 1 の媒質が特に真空である場合の屈折率を第 2 の媒質の絶対屈折率といい，N で表す．

等方性の物質において，波長，温度及び圧力が一定のとき，その屈折率は物質に固有の定数である．したがって，物質の純度の試験又は均質な 2 物質の混合物の組成の決定などに用いられる．

通例，温度は，20 ℃，光線はナトリウムスペクトルの D 線を用い，n_D^{20} で表す．

操 作 法

屈折率の測定には，通例，アッベ屈折計を用い，医薬品各条に規定する温度の ±0.2 ℃ の範囲内で行う．アッベ屈折計では，白色光を用いて n_D を直接読むことができ，測定のできる n_D の範囲は 1.3 ～ 1.7，精密度は 0.0002 である．

2.46 残留溶媒試験法

残留溶媒試験法は，患者の安全のために「医薬品の残留溶媒ガイドライン」により勧告された残留溶媒の許容量を遵守するため，ガスクロマトグラフィーにより医薬品中に残留する有機溶媒の量を測定する方法である．

医薬品各条には，別に規定するもののほか，医薬品中に残留する有機溶媒の限度を ppm で示す．また規格値は，別に規定するもののほか「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に示された許容量を超えてはならない．

装置，操作方法及び試験方法

試料溶液及び標準溶液を調製し，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．

ただし，医薬品各条に試料及び標準品（基準物質）の採取量，試料溶液及び標準溶液の調製方法及びガスクロマトグラフへの注入量，ヘッドスペース装置の操作条件，ガスクロマトグラフィーの試験条件及びシステム適合性並びに計算式など試験に必要な事項を規定する．

2.47　浸透圧測定法（オスモル濃度測定法）

浸透圧測定法は，試料のオスモル濃度を凝固点降下法を用いて測定する方法である．

ある溶液につき，溶媒は自由に通すが溶質は通さない半透膜を隔てて，純溶媒をおくとき，溶媒の一部はこの膜を透過して溶液内に浸透する．この溶媒の浸透によって半透膜の両側に生じる圧力差が，浸透圧 Π（Pa）と定義される．浸透圧は溶液中の分子及びイオンなど粒子の総濃度に依存する物理量であり，溶質の種類によらない．浸透圧，凝固点降下，沸点上昇など，溶質の種類によらず，分子及びイオンなど総粒子濃度に依存する性質を溶液の束一的性質という．

高分子溶液の浸透圧は，セルロース膜などの半透膜を介しての静水圧の変化から直接測定されるが，低分子溶液の浸透圧測定のために用いられる適当な半透膜はない．低分子溶液の浸透圧を直接に測定することはできないが，ある溶液中の分子及びイオンなどの総粒子濃度を知れば，その溶液が生理的条件下に置かれたとき，細胞膜を隔てての溶媒（水）の移動の方向と大きさを知ることができる．純溶媒に対する溶液の凝固点降下，沸点上昇，蒸気圧降下など，他の束一的性質は，温度又は圧力などの直接測定から容易に求められる．溶液のこれらの束一的性質は，浸透圧と同様に総粒子濃度に依存する量であり，これらの性質を利用して測定される総粒子濃度をオスモル濃度と定義する．オスモル濃度は，質量基準で表すとき質量オスモル濃度（osmolality, mol/kg），容量基準で表すとき，容量オスモル濃度（osmolarity, mol/L）と定義されるが，実用的には容量オスモル濃度が用いられる．

別に規定するもののほか，オスモル濃度の測定には凝固点降下法を用いる．凝固点降下法は，溶媒に溶質を溶かした溶液の凝固点が低下する現象を利用し，得られた凝固点降下度 ΔT（℃）と質量オスモル濃度 m の間にある次式の関係を用いて，凝固点降下度から質量オスモル濃度 m を求める方法である．

$$\Delta T = K \cdot m$$

ここで K はモル凝固点降下定数であり，溶媒が水の場合 1.86 ℃ kg/mol である．モル凝固点降下定数は，質量モル濃度で定義されるため，上式の関係からは質量オスモル濃度が得られることになるが，希薄濃度領域では数値的にこの値を容量オスモル濃度 c（mol/L）に等しいものとみなすことができる．本測定法では実用的な容量オスモル濃度を採用するものとし，その単位として Osm（osmol/L）を用いる．1 Osm は，溶液 1 L 中にアボガドロ数（6.022×10^{23}/mol）に等しい個数の粒子が存在する濃度を表し，1 Osm の 1000 分の 1 を 1 mOsm とする．

オスモル濃度は，通例，mOsm の単位を用いて示す．

装　置

通例，水の凝固点（氷点）降下度の測定から，オスモル濃度を求める．浸透圧測定装置は，一定量の溶液を入れる試料セル，温度制御用の冷却装置と冷却槽及びサーミスター温度計からなる．

操 作 法

測定には，装置により定められた一定容量の試料溶液を用いる．

あらかじめ二点校正法により浸透圧（オスモル濃度）測定装置の校正を行う．予想される試料のオスモル濃度を挟む，高低二種の装置校正用オスモル濃度標準液を用いて凝固点温度を測定し，装置の校正を行う．なお，測定する試料のオスモル濃度が 100 mOsm 以下の場合，二種のオスモル濃度標準液のうち一種は，水（0 mOsm）を用いることができる．次に，試料セル及びサーミスターを装置指定の方法により清浄にした後，試料溶液について凝固点温度を測定し，凝固点降下度の濃度依存性より質量オスモル濃度を求め，これを容量オスモル濃度に読み替える．

なお，オスモル濃度が 1000 mOsm を超える場合，蒸留水を用いて試料を n 倍希釈し（1 → n），この液につき同様な測定を行うことができる．この場合，n 倍希釈溶液を用いて測定され，希釈倍数を掛けて得られたみかけのオスモル濃度であることを明示する．なお，希釈測定を行う場合，生理食塩液のオスモル濃度に近くなるよう，希釈倍数を選択する．

また，凍結乾燥品など試料が固体の場合，指定された溶解液に溶かして試料溶液とする．

装置の適合性

測定しようとする試料溶液のオスモル濃度に近い濃度を有する標準液の一つを選び，6 回以上の繰り返し測定を行って，装置の適合性を試験するとき，試験の再現性は，2.0 % 以内であり，規定のオスモル濃度からのずれは，3.0 % 以内である．これに適合しないとき，再度，二点校正を行った後，装置の適合性試験を繰り返す．

装置校正用オスモル濃度標準液の調製

塩化ナトリウム（標準試薬）を 500 ～ 650 ℃ で 40 ～ 50 分間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷する．下表に示した各オスモル濃度標準液に対応する量の塩化ナトリウムを正確に量り，水 100 g を正確に加えて溶かし，各オスモル濃度標準液とする．

表 2.47－1 装置校正用オスモル濃度標準液

装置校正用オスモル濃度標準液	塩化ナトリウムの量
100 mOsm 標準液	0.309 g
200 mOsm 標準液	0.626 g
300 mOsm 標準液	0.946 g
400 mOsm 標準液	1.270 g
500 mOsm 標準液	1.593 g
700 mOsm 標準液	2.238 g
1000 mOsm 標準液	3.223 g

浸透圧比

本測定法では生理食塩液の与えるオスモル濃度に対する試料溶液のオスモル濃度の比を浸透圧比と定義し，等張性の尺度とする．生理食塩液（0.900 g/100 mL）のオスモル濃度 c_S（mOsm）は，一定（286 mOsm）であることから，試料溶液のオスモル濃度 c_T（mOsm）を測定すれば，次式より試料溶液の浸透圧比を計算することができる．

$$\text{浸透圧比} = \frac{c_T}{c_S}$$

c_S：286 mOsm

なお，1000 mOsm を超える試料につき，希釈溶液を調製して，測定を行った場合には，希釈倍数を n，測定されるオス

モル濃度を c'_T とするとき，溶質濃度に対するオスモル濃度の直線性を仮定して，$n \cdot c'_T = c_T$ より，みかけの浸透圧比（オスモル比）を求める．ただし，希釈測定を行った場合，どのような希釈が行われたか，(1 → n) のように明示する必要がある．

2.48 水分測定法（カールフィッシャー法）

水分測定法は，メタノールなどの低級アルコール及びピリジンなどの有機塩基の存在で，水がヨウ素及び二酸化イオウと次の式に示すように定量的に反応することを利用して水分を測定する方法である．

$$I_2 + SO_2 + 3C_5H_5N + CH_3OH + H_2O \rightarrow 2(C_5H_5N^+H)I^- + (C_5H_5N^+H)^-OSO_2OCH_3$$

測定法には，容量滴定法と電量滴定法がある．容量滴定法は，反応に必要なヨウ素を水分測定用試液中に溶解させ，試料中の水と反応して消費されたヨウ素の滴定量より，水分を測定する方法である．電量滴定法は，ヨウ化物イオンを混合した水分測定用試液を用い，電解によりヨウ素を発生させる．ヨウ素が定量的に水と反応することに基づき，電解に要した電気量より，水分を測定する方法である．

$$2I^- \rightarrow I_2 + 2e^-$$

1．容量滴定法

装　置

通例，自動ビュレット，滴定フラスコ，かき混ぜ機及び定電圧分極電流滴定装置又は定電流分極電位差滴定装置からなる．

水分測定用試液は吸湿性が非常に強いので，装置は外部からの吸湿を防ぐようにする．防湿には，シリカゲル又は水分測定用塩化カルシウムなどを用いる．

試　薬

（1） 水分測定用クロロホルム

クロロホルム 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約 8 時間放置し，更に約 16 時間静置後，澄明なクロロホルムを分取する．湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 0.1 mg 以下とする．

（2） 水分測定用メタノール

メタノール 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約 8 時間放置し，更に約 16 時間静置後，澄明なメタノールを分取する．湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 0.1 mg 以下とする．

（3）水分測定用炭酸プロピレン

炭酸プロピレン 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約 8 時間放置し，更に約 16 時間静置した後，澄明な炭酸プロピレンを分取する．湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする．

（4） 水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル

ジエチレングリコールモノエチルエーテル 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し，時々穏やかに振り混ぜ，約 8 時間放置し，更に約 16 時間静置後，澄明なジエチレングリコールモノエチルエーテルを分取する．湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする．

（5） 水分測定用ピリジン

ピリジンに水酸化カリウム又は酸化バリウムを加え，密栓して数日間放置した後，そのまま湿気をさえぎって蒸留し，湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする．

（6） 水分測定用イミダゾール

薄層クロマトグラフィー用イミダゾール．ただし，本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする．

（7） 水分測定用 2−メチルアミノピリジン

2−メチルアミノピリジンをそのまま湿気をさえぎって蒸留し，湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする．

試液及び標準液の調製法

（1） 水分測定用試液

調製 （i），（ii）又は（iii）のいずれかの方法により調製する．

（i） 調製法 1

ヨウ素 63 g を水分測定用ピリジン 100 mL に溶かし，氷冷し，乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が 32 g に達したとき，水分測定用クロロホルム又は水分測定用メタノールを加えて 500 mL とし，24 時間以上放置した後用いる．

（ii） 調製法 2

水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 350 mL に溶かし，氷冷し，液温を 25 ～ 30 ℃ に保ちながら，乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が 64 g に達したとき，ヨウ素 50 g を加えて溶かし，24 時間以上放置した後用いる．

（iii） 調製法 3

水分測定用炭酸プロピレン 220 mL に乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が 32 g に達したとき，水分測定用 2−メチルアミノピリジン 81 g を水分測定用炭酸プロピレン又は水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 180 mL に溶かして氷冷した液に加え，更にヨウ素 36 g を加えて溶かし，24 時間以上放置した後用いる．

これらの試液は日時の経過とともに変化するので用時標定する．遮光して湿気を避け，冷所に保存する．

標定　操作法に従い，水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとる．これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水約 30 mg を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する．水分測定用試液の 1 mL に対応する水（H_2O）のミリグラム数 f（mg/mL）を次の式によって求める．

$$f\ (\mathrm{mg/mL}) = \frac{\text{水（}H_2O\text{）の採取量（mg）}}{\text{水（}H_2O\text{）の滴定に要した水分測定用試液の量（mL）}}$$

（2） 水・メタノール標準液

調製　水分測定用メタノール 500 mL を 1000 mL の乾

燥フラスコにとり，水 2.0 mL を加え，水分測定用メタノールを加えて 1000 mL とする．

この標準液の標定は，水分測定用試液の標定に続いて行う．遮光して湿気を避け，冷所に保存する．

標定　操作法に従い，水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり，これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分測定用試液 10 mL を正確に加え，調製した水・メタノール標準液で終点まで滴定する．水・メタノール標準液 1 mL 中の水（H_2O）のミリグラム数 f'（mg/mL）を次の式によって求める．

$$f'\,(\mathrm{mg/mL}) = \frac{f\,(\mathrm{mg/mL}) \times 10\,(\mathrm{mL})}{\text{滴定に要した水･メタノール標準液の量(mL)}}$$

操 作 法

水分測定用試液による滴定は湿気を避けて行い，原則として，これを標定したときの温度と同一の温度で行う．被滴定液中に一対の白金電極又は双白金電極を浸し，可変抵抗器を適当に調節して電極間に微小電圧を加え，水分測定用試液を滴加するとき変化する電流（μA）を測定し（定電圧分極電流滴定法），滴定の進むにつれて回路中の電流が大きく変化し，数秒で再び元の位置に戻る．滴定の終点に達すると，この電流の変化が一定時間持続する（通例，30 秒間以上）．この状態になったときを滴定の終点とする．又は電極間に微小電流を流しておき，水分測定用試液を滴加するとき，変化する電位差（mV）を測定し（定電流分極電位差滴定法），滴定の進むにつれて回路中の電圧計の値が数百ミリボルトの分極状態から急に減少し，消極状態となり，数秒で再び元の位置に戻る．滴定の終点に達すると，消極状態が一定時間持続する（通例，30 秒間以上）．この状態になったときを滴定の終点とする．ただし，逆滴定により定電圧分極電流滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は電流計の針が振り切れ，終点に達すると急に元の位置に戻る．定電流分極電位差滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は電圧計の値が元の位置にあり，終点に達すると一定の電圧がかかる．

水分測定用試液による滴定は，別に規定するもののほか，次のいずれの方法によってもよい．終点は，通例，逆滴定を行う場合の方が明瞭に判別できる．

（1）　直接滴定

別に規定するもののほか，次の方法による．

水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり，水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分 5 ～ 30 mg を含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，かき混ぜて溶かし，激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する．試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし，水分 5 ～ 30 mg を含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，湿気を避けて 5 ～ 30 分間かき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定を行う．別に，試料が溶剤に溶けないとき，又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは，水分気化装置を用いて試料を加熱し，窒素をキャリヤーとして試料中の水分を滴定フラスコに導入することができる．

なお，滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが，滴定に長時間を要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は，試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い，補正する．

水（H_2O）%

$$= \frac{\text{試料の滴定に要した水分測定用試液の量（mL）} \times f\,(\mathrm{mg/mL})}{\text{試料の質量（mg）}} \times 100$$

（2）　逆滴定

別に規定するもののほか，次の方法による．

水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとり，水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分 5 ～ 30 mg を含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，かき混ぜて溶かし，激しくかき混ぜながら水・メタノール標準液で終点まで滴定する．試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし，その質量を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，湿気を避けて 5 ～ 30 分間かき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定する．

水（H_2O）%

$$= \frac{\left[\text{水分測定用試液の量(mL)}\right] \times f'\,(\mathrm{mg/mL}) - \left[\text{滴定に要した水・メタノール標準液の量(mL)}\right] \times f'\,(\mathrm{mg/mL})}{\text{試料の質量(mg)}} \times 100$$

2．電量滴定法

装　置

通例，ヨウ素発生用電解槽を備えた滴定フラスコ，かき混ぜ機及び定電流分極電位差滴定装置からなる．ヨウ素発生用装置は，隔膜で隔てられた陽極及び陰極より構成され．陽極は水分測定用陽極液（発生液）中に，陰極は水分測定用陰極液（対極液）中に浸される．通例，両極とも白金網が用いられる．

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は吸湿性が非常に強いので，装置は外部からの吸湿を防ぐようにする．防湿には，シリカゲル又は水分測定用塩化カルシウムなどを用いる．

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液の調製法

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は，一組の試薬として次に示す．

調　製（1），（2）又は（3）のいずれかの方法により調製する．

（1）　調製法 1

水分測定用陽極液　水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用メタノール 900 mL に溶かし，氷冷し，液温を 30 ℃ 以下に保ちながら，乾燥二酸化イオウを通じ，その増量が 64 g に達したとき，ヨウ素 12 g を加えて溶かし，かき混ぜながら，液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加し，水分測定用メタノールを加えて 1000 mL とする．

水分測定用陰極液　塩酸ジエタノールアミン 24 g を水分測定用メタノール 100 mL に溶かす．

（2）　調製法 2

水分測定用陽極液　1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン 40 g 及びジエタノールアミン 30 g を水分測定用メタノール約

200 mL に溶かし，乾燥二酸化イオウを増量が 25 g になるまで通じる．炭酸プロピレン 50 mL を加え，ヨウ素 6 g を溶かした後，水分測定用メタノールを加えて 500 mL とし，液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する．

水分測定用陰極液　塩化コリン 30 g を水分測定用メタノールに溶かし 100 mL とする．

（3） 調製法 3

水分測定用陽極液　ジエタノールアミン 100 g を水分測定用メタノール又は水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液（3：1）900 mL に溶かし，冷却しながら，乾燥二酸化イオウを通じ，増量が 64 g に達したとき，ヨウ素 20 g を加えて溶かし，液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する．

水分測定用陰極液　塩化リチウム 25 g を水分測定用メタノール/ニトロメタン混液（4：1）1000 mL に溶かす．

操 作 法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後，この液中に定電流分極電位差滴定装置の一対の白金電極又は双白金電極を浸す．別に，水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生用装置を水分測定用陽極液中に浸す．あらかじめ電解電流を流して，滴定フラスコ内を無水の状態にしておく．次に水分 0.2 ～ 5 mg を含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，かき混ぜて溶かし，激しくかき混ぜながら終点まで滴定する．試料が陽極液に溶けないときは，手早く粉末とし，水分 0.2 ～ 5 mg を含むような量の試料を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，湿気を避けて 5 ～ 30 分間かき混ぜた後，激しくかき混ぜながら滴定する．別に，試料が溶剤に溶けないとき，又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは，水分気化装置を用いて試料を加熱し，窒素をキャリヤーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる．

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量（C）〔電流（A）× 時間（秒）〕を測定し，次の式より試料中の水分量（%）を求める．

なお，滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが，滴定に長時間要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は，試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い，補正する．

$$\text{水（}H_2O\text{）\%} = \frac{\text{ヨウ素の発生に要した電気量（C）}}{10.72 \times \text{試料の質量（mg）}} \times 100$$

10.72：水（H_2O）1 mg に対応する電気量（C/mg）

2.49 旋光度測定法

旋光度測定法は，試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である．

一般に光線の振動は，進行の方向に垂直に起こるが，通常の光線では，その振動方向は限定されない．しかし，一般に偏光といわれる平面偏光では，振動は進行方向を含む一平面内にのみ起こり，このような光線は，偏光面を有するという．薬品又はその溶液には，偏光面を右又は左に回転させる性質を持つものがある．この性質を光学活性又は旋光性といい，物質の化学構造に関係がある．

旋光度は，光学活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度で，旋光計によって測定する．この値は測定管の層長に比例し，溶液の濃度，温度及び波長に関係する．旋光の性質は，偏光の進行方向に向き合って，偏光面を右に回転するものを右旋性，左に回転するものを左旋性とし，偏光面を回転する角度を示す数字の前に，それぞれ，記号 + 又は − をつけて示す．例えば，+20° は右に 20°，−20° は左に 20° 回転することを意味する．

旋光度 α_x^t とは，特定の単色光 x（波長又は名称で記載する）を用い，温度 t ℃ で測定したときの旋光度を意味し，その測定は，通例，温度は 20 ℃，層長は 100 mm，光線はナトリウムスペクトルの D 線で行う．

比旋光度 $[\alpha]_x^t$ は，次の式で表す．

$$[\alpha]_x^t = \frac{100\ \alpha}{lc}$$

t：測定時の温度

x：用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称（D 線を用いたときは，D と記載する．）

α：偏光面を回転した角度

l：試料溶液の層，すなわち，測定に用いた測定管の長さ（mm）

c：日本薬局方では，溶液 1 mL 中に存在する薬品の g 数である．液状薬品を溶液としないでそのまま用いたときは，その密度である．ただし，別に規定するもののほか，この密度の代わりに，その比重を用いる．

医薬品各条で，例えば $[\alpha]_D^{20}$：−33.0 ～ −36.0°（乾燥後，1 g，水，20 mL，100 mm）とは，本品を乾燥減量の項に規定する条件で乾燥し，その約 1 g を精密に量り，水に溶かし正確に 20 mL とし，この液につき，層長 100 mm で測定するとき，$[\alpha]_D^{20}$ が −33.0 ～ −36.0° であることを示す．

2.50 滴定終点検出法

滴定とは，容量分析を行うために用いられる方法又はその操作をいい，被滴定液と滴定液（容量分析用標準液）との間に生じる化学量論的な反応の種類又は現象の差異により，酸塩基滴定（中和滴定又は pH 滴定），沈殿滴定，錯滴定及び酸化還元滴定などがある．また，非水溶媒系で行われる滴定は一般に非水滴定と通称され，弱酸，弱塩基又はこれらの塩類の滴定にしばしば用いられる．反応の終点は，指示薬の色調の変化又は電気的信号（電位差又は電流）の変化により知ることができる．

指示薬法は，被滴定液中に溶解させた指示薬の色調が，当量点の近傍で劇的に変化する性質を利用して，滴定の終点を検出しようとする方法であり，通例，目視により行う．どのような指示薬を用い，どのような色調の変化をとらえて終点とするかは，医薬品各条において定めることとし，当量点の前後における pH など，被滴定液の液性（物理化学的性質）のわずかな変化に鋭敏に反応して，その色調を変化させる指示薬を選択する必要がある．

電気的終点検出法には電位差法と電流法があり，これらの検出法が用いられる滴定法をそれぞれ電位差滴定法，電流滴定法といい，両者を総称して電気滴定法という．電位差滴定法においては，通例，滴加量に対する起電力の変化が最大となる点をとらえ，滴定の終点を検出する．また，電流滴定法においては，別に規定するもののほか，定電圧分極電流滴定法が用いられ，滴定の進行に伴って変化する微小電流の変化をとらえ，滴定の終点を検出する．別に，化学反応の変化を電気的に追跡する手段として，電気量（電流×時間）が用いられることもあり，水分測定法〈2.48〉の電量滴定法として規定されている．

なお，滴定系の構成（試料採取量，溶解溶媒，容量分析用標準液，終点検出法，標準液 1 mL 当たりの被滴定物質の当量(mg)）は，医薬品各条で規定される．容量分析用標準液の標定及び試料の滴定は，測定温度など同一条件の下で行うことが望ましい．両者の測定温度に著しい差がある場合，標準液の容量変化に対して適切な補正を行う必要がある．

指示薬法

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された量の試料を三角フラスコなど適切な容器に量り，規定量の溶媒を加えて溶かす．この液に規定された指示薬を加えて被滴定液とした後，ビュレットより容量分析用標準液を滴加して滴定を行う．終点の前後では 0.1 mL 又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え，色調の変化を観察する．滴定の開始から，医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された色調変化が観察されるまでに要した滴定量をビュレットの目盛りより読み取る．通例，ビュレットからの容量分析用標準液の滴加は手動により行うが，自動ビュレットを用いることもできる．

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで，「同様の方法で空試験を行い，補正する」とは，通例，次の方法による．

医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り，これを試料溶液として試験を行い，規定された色調変化を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め，これを空試験の量とする．ただし，空試験値が非常に小さく，正確に求められないときには，空試験値＝0（mL）とみなすことができる．

電気的終点検出法

1．電位差滴定法

（1） 装置

試料を入れるビーカー，容量分析用標準液を滴加するビュレット，指示電極と参照電極，両電極間の電位差を測定する電位差計又は適当な pH 計，記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機よりなる．なお，滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる．

本滴定法では別に規定するもののほか，滴定の種類により表 2.50－1 に示す指示電極を用いる．また，参照電極としては，通例，銀–塩化銀電極を用いる．ただし，参照電極及び指示電極は複合型のものを用いることができる．

なお，pH を測定して電位差滴定法を行うときは，pH 計の調整は pH 測定法〈2.54〉による．

（2） 操作法

医薬品各条に規定する試料をビーカーに量り，規定する容量の溶媒を加えて溶かす．電極はあらかじめ使用する溶媒でよく洗い，滴定する溶媒中に浸して電位差E（mV）又は pH の指示を安定させた後，参照電極及び指示電極を滴定ビーカー内の試料溶液中に浸す．試料溶液を穏やかにかき混ぜながら容量分析用標準液（滴定液）で滴定する．ビュレットの先端は試料溶液中に浸し，終点の前後では 0.1 mL 又はそれ以下の容量の滴定液を滴加したときの電位差の変化を測定する．電位差をグラフの縦軸に，滴加量 V（mL）を横軸にプロットして滴定曲線を描き，$\Delta E/\Delta V$ の極大又は極小となる点，又は当量点に相当する起電力又は pH を与える滴加量 V を求め，これを滴定の終点とする．

表 2.50－1　滴定の種類と指示電極

滴定の種類	指示電極
酸塩基滴定（中和滴定，pH 滴定）	ガラス電極
沈殿滴定（硝酸銀によるハロゲンイオンの滴定）	銀電極．ただし，参照電極は銀–塩化銀電極を用い，参照電極と被滴定溶液との間に飽和硝酸カリウム溶液の塩橋を挿入する．
酸化還元滴定（ジアゾ滴定など）	白金電極
錯滴定（キレート滴定）	水銀–塩化水銀（Ⅱ）電極
非水滴定（過塩素酸滴定，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド滴定）	ガラス電極

なお，電位差滴定法における空試験は，通例，次の方法による．医薬品各条又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り，これを試料溶液として試験を行い，終点を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め，これを空試験の量とする．ただし，空試験値が非常に小さく，正確に求められないときには，空試験値＝0（mL）とみなすことができる．

別に規定するもののほか，滴定の終点は，次のいずれかの方法により求める．

（i） 作図法

得られた滴定曲線に対し，通例，勾配約 45° の互いに平行な二つの接線を引く．次に，これらの互いに平行な 2 本の直線から等距離の位置に第 3 の平行線を引き，滴定曲線との交点を求め，この点より横軸に垂線を下ろしたときの滴加量を読み取り，滴定の終点とする．別に，微分曲線（$\Delta E/\Delta V$ の滴加量による変化）を求め，その極大又は極小を与える点の滴加量より，滴定の終点を求めることもできる．

（ii） 自動検出法

自動滴定装置を用いて滴定を行う場合，それぞれの装置の指示に従って，自動的に終点を決定することができる．終点の決定は，電位差の変化率が最大になる点を検出し，これを終点とするか又は終点電位をあらかじめ設定しておき，指示電位差が終点電位に達したときの滴加量を滴定の終点とするか，いずれかの方法による．

2．電流滴定法

（1） 装置

試料を入れるビーカー，容量分析用標準液を滴加するビュレット，指示電極として二つの小さな同形の白金板又は白金線，両電極間に微小直流電圧を加えるための加電圧装置，電極間を流れる指示電流を測定する電流計，記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機

よりなる．なお，滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる．

（2） 操作法

医薬品各条に規定する量の試料をビーカーに量り，規定する量の溶媒を加えて溶かした後，あらかじめ水でよく洗った2 本の指示電極を試料溶液中に浸す．次に，加電圧装置を用いて測定に適した一定の電圧を電極間に加え，容量分析用標準液（滴定液）を用いて試料溶液を滴定する．ビュレットの先端は試料溶液中に浸し，終点の前後では 0.1 mL 又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え，そのときの電流値の変化を測定する．電流値をグラフの縦軸に，滴加量（mL）を横軸にプロットして滴定曲線を描き，通例，滴定曲線の折れ曲がり点（折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点）を与える滴加量を滴定の終点とする．

別に規定するもののほか，滴定の終点は，次のいずれかの方法により求める．

（i） 作図法

通例，滴定曲線の折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点を求め，この点の与える滴加量を滴定の終点とする．

（ii） 自動検出法

自動滴定装置を用いて滴定を行う場合，それぞれの装置の指示に従って，自動的に終点を決定することができる．終点の決定は，終点電流をあらかじめ設定しておき，指示電流が設定電流値に達したときの滴加量を滴定の終点とする．

なお，指示薬法及び電気的終点検出法のいずれの終点検出法を用いる場合も，空気中の二酸化炭素又は酸素などの影響がある場合は，滴定ビーカーはふた付きのものを用い，窒素などの不活性ガス気流中で操作し，光によって変化する場合は直射日光を避け，遮光した容器を用いる．

2.51 導電率測定法

導電率測定法は，水溶液中での電流の流れやすさ（電気伝導性）を導電率計又は抵抗率計を用いて測定する方法であり，純度試験などに用いられる．本測定法は，医薬品各条で規定される導電率（電気伝導率）の試験に用いるほか，高純度の水を製造する際の水質監視用の試験法としても用いることができる．ただし，水質監視用に本測定法を用いる場合，その細部は本測定法に準じて利用者がそれぞれ定めることとする．

溶液の導電率（電気伝導率）κ（$S \cdot m^{-1}$）は，抵抗率ρ（$\Omega \cdot m$）の逆数により定義される量であり，液性導電体におけるイオン伝導性の強弱の指標となる．抵抗率は単位面積，単位長さ当たりの電気抵抗を意味し，抵抗率 ρ，断面積 A（m^2），長さ l（m）とするとき，抵抗 R（Ω）は，

$$R = \rho\,(l / A)$$

で表される．したがって，導電率 κ は，

$$\kappa = 1 / \rho = (1 / R)\,(l / A)$$

で表され，l/A が既知であれば，抵抗 R 又はコンダクタンス（電気伝導度）G（$= R^{-1}$）を測定することにより求めることができる．

国際単位系（SI）によれば，導電率の単位はジーメンス毎メーター（$S \cdot m^{-1}$）であるが，通例，溶液の導電率は $\mu S \cdot cm^{-1}$ で，抵抗率は Ω·cm で表される．

別に規定するもののほか，導電率又は抵抗率の表示は，20 ℃ を基準温度とする．

装　置

導電率計又は抵抗率計は，指示部（操作部，表示部，記録部等）と検出部より構成され，検出部とは導電率測定用セルを意味する．導電率測定用セルには一対の白金電極が組み込まれており，二つの電極間に挟まれた液柱の電気抵抗又はコンダクタンスが測定される．この装置では，電極の分極による影響を避けるため交流電流が用いられる．また，通例，導電率の温度変化に対する温度補償機能が内蔵されている．

導電率の測定は，通例，浸漬形セルを用いて行う．セル内には平行に置かれた一対の白金電極があり，その表面は，通例，白金黒でコーティングされており，セル内の電極部分は，物理的衝撃を避けるためにガラス管で保護されている．

電極表面積 A（cm^2），電極間距離 l（cm）とするとき，セル定数 C（cm^{-1}）は次式により与えられる．

$$C = \alpha \cdot (l / A)$$

ここで，α はセルのデザインにより定まる無次元の数値係数である．

なお，浸漬形セルと別に，流液形セル又は配管挿入形セルがあるが，これらのセルは高純度の水を製造する際に，流路系の適当な位置に設置又は挿入され，連続的又は間欠的な水質監視を行うために用いられる．

塩化カリウム標準液

導電率測定用塩化カリウムを粉末とし，500 ～ 600 ℃ で 4 時間乾燥する．表 2.51－1 に記載した量の乾燥した導電率測定用塩化カリウムをとり，新たに煮沸して冷却した蒸留水又は精製水（導電率 2 $\mu S \cdot cm^{-1}$ 以下）に溶かして全量を 1000.0 g とし，それぞれの塩化カリウム標準液を調製する．これらの液の 20℃ における導電率及び抵抗率は，表 2.51－1 のとおりである．これらの塩化カリウム標準液は，ポリエチレン瓶又は硬質ガラス瓶に密栓して保存する．

表 2.51－1　塩化カリウム標準液の導電率及び抵抗率（20 ℃）

濃度 (g/1000.0 g)	導電率 κ ($\mu S \cdot cm^{-1}$)	抵抗率 ρ (Ω·cm)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

20 ℃ での測定が行えない場合，表 2.51－1 中に示した塩化カリウム標準液の導電率を次式を用いて補正する．ただし，次式は 20±5 ℃ の温度範囲においてのみ有効である．

$$\kappa_T = \kappa_{20}\,[1 + 0.021\,(T - 20)]$$

T：医薬品各条で規定される測定温度

κ_T：T ℃ における塩化カリウム標準液の導電率

κ_{20}：20 ℃ における塩化カリウム標準液の導電率

操 作 法

（1） セル定数

導電率測定用セルは，予想される試料溶液の導電率に合わせて適切なものを選択する．予想される導電率が高いほど，電気抵抗 R が用いる装置の測定可能範囲に入るよう，大きなセル定数を持つセルを選択する必要がある．通例，0.1 cm^{-1}，1 cm^{-1} 又は 10 cm^{-1} のオーダーのセル定数を持つセルが用いられる．

セル定数の決定又は確認に当たっては，予想される試料溶液の導電率に合わせて適切な塩化カリウム標準液を選択し，調製する．セルを蒸留水を用いて数回洗う．次に，セル定数の決定に用いようとする塩化カリウム標準液を用いて 2 ～ 3 回洗った後，測定容器中に入れた塩化カリウム標準液にセルを浸漬する．塩化カリウム標準液の温度が 20±0.1 ℃ 又は医薬品各条に規定される温度に保たれていることを確認した後，この溶液の与える電気抵抗 R_{KCl} 又はコンダクタンス G_{KCl} を測定するとき，セル定数 C（cm^{-1}）は次式によって与えられる．

$C = R_{KCl} \cdot \kappa_{KCl}$ 又は

$C = \kappa_{KCl} / G_{KCl}$

R_{KCl}：測定された電気抵抗（megaΩ）

G_{KCl}：測定されたコンダクタンス（μS）

κ_{KCl}：用いた塩化カリウム標準液の導電率（$\mu S \cdot cm^{-1}$）

測定されたセル定数は，あらかじめ定められた値に 5 % 以内で一致しなければならない．一致しない場合，白金黒メッキの再生を行うか又はセルを交換する．

（2） 装置の適合性

予想される試料溶液の導電率に合わせて適切な塩化カリウム標準液を選択し，次のように装置の適合性試験を行う．導電率測定用セルを蒸留水を用いて数回洗浄し，次に選択した標準液を用いて 2 ～ 3 回洗浄を繰り返した後，測定容器中に標準液を満たす．測定系の温度が 20±0.1 ℃ の範囲にあることを確認した後，この標準液の導電率を測定する．この測定操作を数回繰り返すとき，その平均値は表 2.51－1 に掲げた数値に 5 % 以内で一致し，相対標準偏差は 2 % 以下でなければならない．

（3） 測定

装置の適合性を確認した後，試料溶液の導電率測定を行う．別に規定するもののほか，試料溶液の調製法は医薬品各条で規定する．蒸留水を用いて数回セルを洗浄し，次に，試料溶液を用いて 2 ～ 3 回洗浄を繰り返した後，測定容器に入れた試料溶液中にセルを浸漬し，必要ならば，ゆるやかにかき混ぜる．試料溶液の温度が 20±0.1 ℃ 又は医薬品各条で規定された温度になっていることを確認した後，試料溶液のコンダクタンス G_T（μS）又は電気抵抗 R_T（megaΩ）を測定し，次式よりセル定数 C を用いて導電率 κ_T を求める．

$\kappa_T = CG_T$ 又は

$\kappa_T = C / R_T$

なお，試料溶液の調製法，ブランク補正の必要性，計算方法，規格値，測定温度等は，必要に応じて医薬品各条で規定する．

2.52　熱分析法

熱分析法は，物質の温度を一定の温度プログラムに従って変化させながら，その物理的性質を温度又は時間の関数として測定する分析法の総称である．

種々の物理的性質のうち，結晶などの固相/液相転移（融解，凝固）又は多形転移などの相変化，熱分解又は化学反応などに伴う，発熱又は吸熱の熱的挙動を観測する方法を示差熱分析法（DTA：Differential Thermal Analysis）又は示差走査熱量測定法（DSC：Differential Scanning Calorimetry）という．

DTA は，試料の熱的挙動を温度変化として検出する方法であり，DSC は，熱量（エンタルピー）変化として検出する方法である．一方，試料の温度変化に伴う，脱水，吸着又は脱離，酸化等による質量変化を観測する方法を熱質量測定法（TG：Thermogravimetry）という．

なお，本法における 3 種の異なる測定法のうち，TG は，乾燥減量試験法〈*2.41*〉又は水分測定法〈*2.48*〉の別法として用いることができる．ただし，水分測定法の別法として用いる場合，水以外に揮発性成分がないことを確認しておく必要がある．

第 1 法　示差熱分析法（DTA）又は示差走査熱量測定法（DSC）

装　置

DTA 又は DSC 装置は，通例，加熱炉部，温度制御部，検出部，雰囲気調節部及び表示記録部から構成される．

示差熱分析法（DTA）では，加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し，試料と基準物質との間に生じる温度差を熱電対などを用いて，時間又は温度に対して連続的に測定し，記録できるように装置が設計されている．基準物質としては，通例，熱分析用 α-アルミナが用いられる．

示差走査熱量測定法（DSC）では，測定原理の異なる次の二つの方法がある．

1．入力補償示差走査熱量測定（入力補償 DSC）

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し，試料と基準物質との間に生じる温度差を白金抵抗温度計などで検出し，その温度差をゼロに保つよう補償回路を作動させる．両者に加えられた単位時間当たりの熱エネルギーの入力差を時間又は温度に対して連続的に測定し，記録できるように装置が設計されている．

2．熱流束示差走査熱量測定（熱流束 DSC）

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱し，試料と基準物質との間に生じる温度差を熱流束の差としてモニターし，DSC 信号として記録する．熱流束 DSC では，試料と熱源の間の熱流束が試料と熱源の温度差に比例するように熱伝導体が用いられている．また，基準物質と熱源の間についても同様である．

入力補償 DSC 及び熱流束 DSC のいずれの測定法においても，基準物質としては，通例，熱分析用 α-アルミナが用いられるが，単に空容器を基準とすることもある．

操 作 法

試料及び基準物質を試料容器に充てんした後，一定の温度制御プログラムに従って，加熱炉部を加熱又は冷却し，この温度変化の過程で試料と基準物質間に発生する温度差（DTA）又は熱量変化（DSC）を連続的に測定し，記録する．なお，データ処理を含む装置の取扱いは，各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする．

あらかじめ，融解又は多形転移など，予想される物理的変化がどのような温度範囲にあるかを知り，かつ予想外の熱的変化が起こっていないことを確認するために，広い温度範囲（室温～ 分解開始温度）を速い加熱速度（10 ～ 20 ℃/分）で走査して予備的実験を行い，測定温度範囲を定める．定められた温度範囲につき，緩やかな加熱速度，通例，約 2 ℃/分で試験を行う．ただし，ガラス転移など微少な熱変化しか観測されないような場合，加熱速度を上げるなど，観察しようとする物理的変化に対応した加熱速度の設定が必要となることがある．得られた DTA 曲線又は DSC 曲線の発熱又は吸熱ピークを解析し，融解又は多形転移など，観察しようとする物理的変化に伴う熱量の変化量及び温度（開始温度，ピーク温度及び終了温度など）を求める．

装置の校正

1．温度校正

DTA 又は DSC における装置の温度校正は，高純度な金属又は有機物質の融点，あるいは無機塩類又は酸化物の結晶転移点などを用いて行う．通例，熱分析用インジウム，熱分析用スズの融点などが用いられる．

2．熱量校正

試料の温度変化に伴う熱量の出入り（エンタルピー変化）を正しく評価するため，熱量標準物質を用いて装置を校正しておく必要がある．熱量標準物質としては，温度校正の場合と同様に，高純度の金属又は有機物の融解熱，あるいは無機塩類の結晶転移熱などを用いて，装置の熱量校正が行われる．通例，熱分析用インジウム，熱分析用スズの融解熱などが用いられる．

操作条件の記載事項

DTA 又は DSC 測定を行った場合，その測定条件に関し，次のことを記録しておく必要がある：試料量，試料容器の開放・密閉の区別，加熱又は冷却速度，測定温度範囲及び雰囲気ガスの種類と流量など．

第 2 法　熱質量測定法（TG）

装　置

TG 装置の構成は，基本的に DTA 又は DSC 装置と同様である．ただし，検出部は天秤であり，熱天秤と通称され，吊り下げ型，上皿型，水平型がある．熱天秤の所定の位置にセットされた試料を一定の温度制御プログラムに従って加熱しながら，質量の温度又は時間に対する変化を連続的に測定し，記録できるように装置が設計されている．

操 作 法

試料を試料容器に充てんし，熱天秤の所定の位置に設定した後，一定の温度制御プログラムに従って，加熱炉部を加熱し，この温度変化の過程での試料の質量変化を連続的に測定し，記録する．なお，データ処理を含む装置の取扱いは，各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする．

乾燥減量試験法又は水分測定法の別法として TG を用いる場合，測定は室温から開始し，乾燥又は水分の揮散による質量変化が終了するまでを測定温度範囲とする．加熱速度は，通例，5 ℃/分を標準的な速度とし，直線的に加熱するが，試料及び測定温度範囲の広さにより，適宜，変更することができる．また，測定中，試料から発生する水その他の揮発性成分を速やかに除去し，あるいは試料の酸化等による化学反応を防ぐため，通例，乾燥空気又は乾燥窒素を一定流量で加熱炉中に流す．得られた TG 曲線の質量–温度又は質量–時間曲線を解析し，乾燥に伴う質量変化の絶対値又は採取量に対する相対値（%）を求める．

酸化又は分解反応に伴う質量変化を求めようとする場合，反応の開始と終了後において安定した基線の得られる温度範囲を別途定め，以下，乾燥減量を測定する場合と同様に操作する．

装置の校正

1．温度校正

TG における装置の温度校正は，熱分析用ニッケルなどのキュリー温度を用いて行う．

ただし，DSC 又は DTA との同時測定が可能な TG においては，第 1 法におけると同様な温度校正を行えば，別途，TG 装置のための温度校正を行う必要はない．

2．目盛り校正と確認

TG においては，測定しようとする質量の計量範囲につき，化学はかり用又はセミミクロ化学はかり用分銅を用いて目盛り校正を行うものとし，これを第一次校正とする．この第一次校正は常温常圧下で行うものとし，装置の立ち上げ又は定期点検に際してこれを行うものとする．

試料の測定に際し，測定状態での雰囲気ガスによる浮力及び対流などの質量測定への影響を除くために，シュウ酸カルシウム一水和物標準品を用いて，目盛りの校正又は確認を行うものとし，これを第二次校正とする．第二次校正においては，下記に示す標準的な TG 測定条件又は別途設定された測定条件下で，シュウ酸カルシウム一水和物標準品の水分を測定する．測定値と標準品の水分値（保証水分値）のずれが 0.3 % 未満であるとき，装置の正常な作動が確認されたものとする．測定値と標準品の水分値のずれが 0.3 % 以上あるとき，標準品の水分値に基づく目盛り校正を行うものとする．

標準的な測定条件は，次のとおりとする．

シュウ酸カルシウム一水和物標準品の量：0.01 g
加熱速度：5 ℃/分
測定温度範囲：室温～ 250 ℃
雰囲気ガス：乾燥窒素又は乾燥空気
雰囲気ガスの流量：吊り下げ型又は上皿型天秤では
40 mL/分
水平型天秤では 100 mL/分

操作条件の記載事項

TG 測定を行った場合，その測定条件として，試料量，加熱速度，測定温度範囲，雰囲気ガスの種類と流量などを記録しておく必要がある．

2.53　粘度測定法

粘度測定法は，試料の粘度を粘度計によって測定する方法である．

液体が一定方向に運動し，その流れに垂直な方向に速度の差があるとき，その流れに平行な平面の両側に内部摩擦力が生じる．その性質を粘性という．流れに平行な平面の単位面積当たりの内部摩擦力をずり応力又はせん断応力といい，流れに垂直な方向の速度勾配をずり速度又はせん断速度という．ずり応力がずり速度に比例する液体をニュートン液体といい，その比例定数 η は一定温度においてその液体に固有の定数で，粘度という．その単位は，パスカル秒（Pa·s）を用いるが，通例，

ミリパスカル秒（mPa･s）で示す．

また，ずり応力がずり速度に比例しない液体を非ニュートン液体といい，これらの液体の粘度はずり速度に応じてさまざまに変化することから，みかけの粘度という．この場合，ずり応力をこれに対応するずり速度で除した値がみかけの粘度であり，ずり速度とみかけの粘度の関係が得られれば，これら非ニュートン液体の流動特性を知ることができる．

粘度 η を同温度のその液体の密度で除した値を動粘度 ν といい，その単位として平方メートル毎秒（m^2/s）を用いるが，通例，平方ミリメートル毎秒（mm^2/s）で示す．

液体の粘度は,次に記載する方法のいずれかにより測定する．

第１法　毛細管粘度計法

この測定法は，ニュートン液体の粘度を測定する方法で，一定体積の液体が，毛細管を通って流下するのに要する時間 t（s）を測定し，次式によって動粘度 ν を算出する．

$$\nu = K t$$

粘度 η を求めるには，更にその温度における液体の密度 ρ（g/mL）を測定し，次式によって算出する．

$$\eta = \nu \rho = K t \rho$$

K（mm^2/s^2）は粘度計の定数で，粘度計校正用標準液を用いてあらかじめ定めておく．水の粘度に近い粘度を測定する粘度計では，標準液として水を用いる．水の動粘度は 20 ℃ で 1.0038 mm^2/s である．比較的高い粘度を測定する粘度計では，標準液として粘度計校正用標準液を用いる．

高分子物質を含む液体の粘度の濃度依存性を測定し，得られた直線の濃度を 0 に外挿することにより，高分子物質の極限粘度［η］(dL/g) を求めることができる．極限粘度は液体（試料溶液）中における高分子の拡がりの度合いを示すものであり，分子量の目安ともなる．極限粘度は，濃度 c（g/dL）の試料溶液の流下時間 t 及び溶媒の流下時間 t_0 の測定値から次式により算出する．

$$[\eta] = \lim_{c \to 0} \frac{(\frac{t}{t_0}) - 1}{c} \qquad \text{又は} \quad [\eta] = \lim_{c \to 0} \frac{\ln \frac{t}{t_0}}{c}$$

ただし，$\{(t/t_0) - 1\}/c$ の濃度依存性があまり大きくない場合，医薬品各条で規定された試料濃度について得られた $\{(t/t_0) - 1\}/c$ の値を極限粘度とすることができる．

次の装置及び操作法を用いて流下時間を測定する．

装　置

1 ～ 100000 mm^2/s の液体の動粘度の測定には，図 2.53－1 に示すウベローデ型粘度計を用いる．毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲とのおよその関係を表 2.53－1 に示す．なお，この表に示した以外の粘度計を用いることができるが，その場合，毛細管の内径として，試料溶液の流下時間が 200 ～ 1000 秒になるような粘度計を選ぶ．

操 作 法

試料溶液を管 1 から静かに入れ，粘度計を垂直に静置したとき，試料溶液の液面が球 A の二つの標線の間にくるようにする．この粘度計を，医薬品各条に規定する温度（±0.1 ℃）の恒温槽中に，球 C が水の中に没するまで入れ，垂直に保持し，試料溶液が規定の温度になるまで約 20 分間放置する．管 3 を指で閉じて空気の泡が管 2 中に入らないようにし，管 2 の上端から弱く吸引して液面を球 C の中心部まで引き上げた後，吸引をやめ，管 3 の管口を開き，直ちに管 2 の管口を閉じる．毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後，管 2 の管口を開き，液面が球 B の上の標線から下の標線まで流下するのに要する時間 t（s）を測定する．

K の値は，あらかじめ，粘度計校正用標準液で同様な実験を行って定めておく．ただし，このときの温度は，医薬品各条で規定された温度に合わせる必要がある．

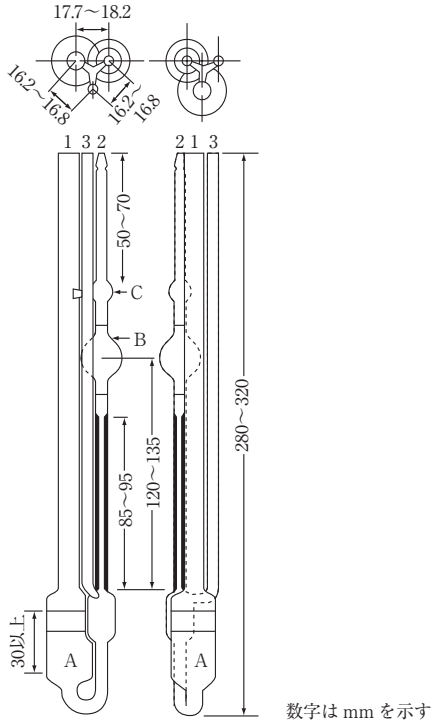


図 2.53－1 毛細管粘度計の概略図

表 2.53－1　ウベローデ型粘度計の規格

粘度計の概略の定数（K）（mm^2/s^2）	毛細管の内径(mm)［許容差：±10 %］	球 B の容量（mL）［許容差:±10 %］	動粘度の測定範囲（mm^2/s）
0.005	0.46	3.0	1 ～ 5
0.01	0.58	4.0	2 ～ 10
0.03	0.73	4.0	6 ～ 30
0.05	0.88	4.0	10 ～ 50
0.1	1.03	4.0	20 ～ 100
0.3	1.36	4.0	60 ～ 300
0.5	1.55	4.0	100 ～ 500
1.0	1.83	4.0	200 ～ 1000
3.0	2.43	4.0	600 ～ 3000
5.0	2.75	4.0	1000 ～ 5000
10.0	3.27	4.0	2000 ～ 10000
30.0	4.32	4.0	6000 ～ 30000
50.0	5.20	5.0	10000 ～ 50000
100	6.25	5.0	20000 ～ 100000

第２法　回転粘度計法

この測定法は，ニュートン液体あるいは非ニュートン液体に対して適用する方法であり，液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力（トルク）をバネのねじれ度で検出し，粘度に換算する原理等を応用した測定法である．

次の装置及び操作法を用いて粘度を測定する．

装　置

粘度測定は次のいずれかの装置による．

（１）共軸二重円筒形回転粘度計（クェット型粘度計）

共軸二重円筒形回転粘度計は，同一中心軸を持つ外筒及び内筒のすきまに液体を満たし，内筒又は外筒を回転させるとき，液体を介して円筒間に伝わるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である．

図 2.53－2a に示すように，内筒をねじり定数 k の針金で吊る．内筒及び外筒の半径をそれぞれ R_i，R_o とし，内筒が液体に浸る部分の長さを l とする．外筒中に液体を入れ，一定の角速度 ω で回転させるとき，液体の粘性のために内筒も回転を始めるが，針金にトルク T が生じるため，内筒は θ だけ回転して釣り合う．このとき $T = k\theta$ であり，ω と θ との関係を測定することにより，液体の粘度 η を次式によって算出する．内筒を回転させた場合にも，同様の式が成り立つ．

$$\eta = \frac{100\ T}{4\pi l\omega}\left\{\frac{1}{R_i^{\,2}} - \frac{1}{R_O^{\,2}}\right\}$$

η：液体の粘度（mPa･s）
π：円周率
l：円筒（内筒）の長さ（cm）
ω：角速度（rad/s）
T：円筒面に作用するトルク（10^{-7} N･m）
R_i：内筒の外径の 1/2（cm）
R_O：外筒の内径の 1/2（cm）

（２）　単一円筒形回転粘度計(ブルックフィールド型粘度計)

単一円筒形回転粘度計は，液体中の円筒を一定角速度で回転させたときのトルクを測定する粘度計である．装置の概略を図 2.53－2b に示す．あらかじめ粘度計校正用標準液を用いて実験的に装置定数 K_B を定めることにより，液体の粘度 η を次式によって算出する．

$$\eta = K_B\frac{T}{\omega}$$

η：液体の粘度（mPa･s）
K_B：装置定数（rad/cm^3）
ω：角速度（rad/s）
T：円筒面に作用するトルク（10^{-7} N･m）

（３）　円すい － 平板形回転粘度計（コーンプレート型粘度計）

円すい－平板形回転粘度計は，同一回転軸を持つ平円板及び頂角の大きい円すいの隙間に液体を挟んで，一方を回転させ，他方の受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定する粘度計である．装置の概略は図 2.53－2c に示す．

円すいと平円板の角度 α の隙間に液体を入れ，円すい又は平円板を一定の角速度若しくは一定のトルクで回転させ，定常状態に達したときの平円板又は円すいが受けるトルク及びそれに対応する角速度を測定することにより，液体の粘度 η を次式によって算出する．

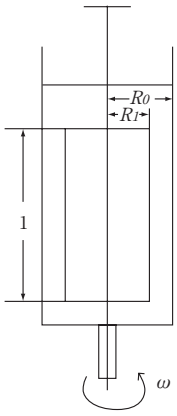


図 2.53－2a
共軸二重円筒形回転粘度計

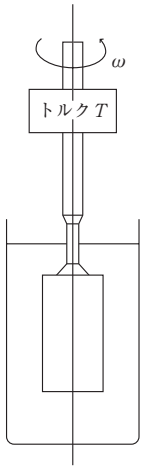


図 2.53－2b
単一円筒形回転粘度計

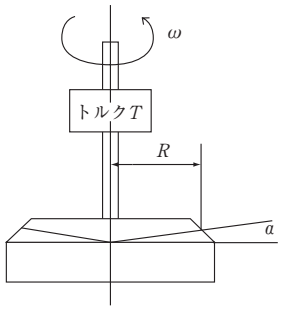


図 2.53－2c　円すい－平板形回転粘度計

$$\eta = \frac{3\alpha}{2\pi R^3}\cdot\frac{100T}{\omega}$$

η：液体の粘度（mPa･s）
π：円周率
R：円すいの半径（cm）
α：平円板と円すいとがなす角度（rad）
ω：角速度（rad/s）
T：平円板又は円すい面に作用するトルク（10^{-7} N･m）

操 作 法

粘度計は，その回転軸が水平面に対し垂直になるように設置する．測定に必要な量の試料溶液を装置に充てんした後，医薬品各条に規定する温度になるまで放置する．粘度の測定精度を 1 % 以内とする必要がある場合，測定系の温度制御は ±0.1 ℃ 以内に保つ必要がある．次に，試料溶液が，規定の温度にあることを確認した後，装置を作動させる．回転が定常状態に達し，回転数又はトルクに対応する粘度計の指示目盛が安定した後，指示値を読み取り，各々の装置に対応した計算式を用いて粘度 η を算出する．また，あらかじめ粘度計校正用標準液を用い

て測定を行い，装置定数の決定又は確認及び操作法の妥当性の確認を行う．

なお，非ニュートン液体の場合，一定の回転速度又は一定のトルクを負荷してみかけの粘度を得る操作を，回転速度又はトルクを変えながら繰り返し，これら一連の測定から試料溶液のずり速度とずり応力の関係（流動曲線）を得る．

粘度計の校正は，水及び粘度計校正用標準液を用いて行う．これらは，回転粘度計の装置定数を決定又は確認するために用いる．また，粘度計の定期的な校正に用い，規定された測定精度が確保されていることを確認する．

2.54　pH 測定法

pH は，水溶液中の水素イオン濃度の値に活動度係数を乗じた値，すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され，実用的には，試料溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる．

試料溶液の pH は，標準溶液の pH（pH_S）と関連づけて次の式で表され，ガラス電極を用いて pH 計により測定される．

$$pH = pH_S + \frac{E - E_S}{2.3026\ RT/F}$$

pH_S：pH 標準液の pH

E：試料溶液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力（V）で，電池の構成は次に示される．

ガラス電極｜試料溶液｜参照電極

E_S：pH 標準液中でガラス電極と参照電極を組み合わせた電池の起電力（V）で，電池の構成は次に示される．

ガラス電極｜pH 標準液｜参照電極

R：気体定数

T：熱力学的温度

F：ファラデー定数

式中の 2.3026 RT/F は，単位 pH 当たりの起電力（V）の大きさを表し，表 2.54－1 に示すような温度依存性がある．

表 2.54－1　起電力の温度依存性

液温（℃）	2.3026 RT/F（V）	液温（℃）	2.3026 RT/F（V）
5	0.05519	35	0.06114
10	0.05618	40	0.06213
15	0.05717	45	0.06313
20	0.05817	50	0.06412
25	0.05916	55	0.06511
30	0.06015	60	0.06610

pH 標準液

pH 標準液は pH の基準として用いる．pH 標準液の調製に用いる水は，精製水を蒸留し，留液を 15 分間以上煮沸した後，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けて冷却する．表 2.54－2 に示す 6 種類の pH 標準液を定めるが，それぞれの pH 標準液は，規定された方法により調製する．

表 2.54－2　6 種の pH 標準液の pH の温度依存性

温度（℃）	シュウ酸塩 pH 標準液	フタル酸塩 pH 標準液	リン酸塩 pH 標準液	ホウ酸塩 pH 標準液	炭酸塩 pH 標準液	水酸化カルシウム pH 標準液
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32	13.43
5	1.67	4.01	6.95	9.39	10.25	13.21
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18	13.00
15	1.67	4.00	6.90	9.27	10.12	12.81
20	1.68	4.00	6.88	9.22	10.07	12.63
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02	12.45
30	1.69	4.01	6.85	9.14	9.97	12.30
35	1.69	4.02	6.84	9.10	9.93	12.14
40	1.70	4.03	6.84	9.07		11.99
50	1.71	4.06	6.83	9.01		11.70
60	1.73	4.10	6.84	8.96		11.45

これらの pH 標準液は，硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶中に密閉して保存する．なお，塩基性の pH 標準液の保存には，二酸化炭素吸収管を付けての保存が有効である．また，長期間の保存によって pH 値が変化することがあるので，調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して，pH 値が同一であることを確認してから使用する必要がある．

（1）　シュウ酸塩 pH 標準液　pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物を粉末とし，デシケーター（シリカゲル）で乾燥した後，その 12.71 g（0.05 mol）を正確に量り，水に溶かして正確に 1000 mL とする．

（2）　フタル酸塩 pH 標準液　pH 測定用フタル酸水素カリウムを粉末とし，110 ℃ で恒量になるまで乾燥し，その 10.21 g（0.05 mol）を正確に量り，水に溶かして正確に 1000 mL とする．

（3）　リン酸塩 pH 標準液　pH 測定用リン酸二水素カリウム及び pH 測定用リン酸水素二ナトリウムを粉末とし，110 ℃ で恒量になるまで乾燥し，リン酸二水素カリウム 3.40 g（0.025 mol）及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.55 g（0.025 mol）を正確に量り，水に溶かして正確に 1000 mL とする．

（4）　ホウ酸塩 pH 標準液　pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物をデシケーター（臭化ナトリウム飽和溶液）中に放置し，恒量とした後，その 3.81 g（0.01 mol）を正確に量り，水に溶かして正確に 1000 mL とする．

（5）　炭酸塩 pH 標準液　pH 測定用炭酸水素ナトリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥したもの 2.10 g（0.025 mol）及び pH 測定用炭酸ナトリウムを 300 ～ 500 ℃ で恒量になるまで乾燥したもの 2.65 g（0.025 mol）を正確に量り，水に溶かして正確に 1000 mL とする．

（6）　水酸化カルシウム pH 標準液　pH 測定用水酸化カルシウムを粉末とし，その 5 g をフラスコにとり，水 1000 mL を加え，よく振り混ぜ，23 ～ 27 ℃ とし，十分に飽和した後，その温度で上澄液をろ過し，澄明なろ液（約 0.02 mol/L）を用いる．

これらの pH 標準液の各温度における pH 値を表 2.54－2

に示す．この表にない温度の pH 値は表の値から内挿法により求める．

装　置

pH 計は，通例，ガラス電極及び参照電極からなる検出部，検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示する指示部からなる．指示部には，ゼロ校正用つまみ及びスパン（感度）校正用つまみがある．その他，装置によっては温度補償用つまみなどを備えたものがある．

pH 計は，次の操作法に従い，任意の一種類の pH 標準液の pH を毎回検出部を水でよく洗った後，5 回繰り返し測定するとき，指示値の再現性が ±0.05 pH 単位以内のものを用いる．

操 作 法

ガラス電極は，あらかじめ水に数時間以上浸しておく．pH 計に電源を入れ，装置が安定したことを確認した後，使用する．検出部をよく水で洗い，付着した水はろ紙などで軽くふきとる．

pH 計の校正は，二種類の pH 標準液を用いて，通例，次のように行う．電極をリン酸塩 pH 標準液に浸し，ゼロ校正用つまみを用いて表に掲げた pH に一致させる．次に，予想される試料溶液の pH 値を挟むような pH 値をもつ pH 標準液を第二の標準液として，同様の条件でその pH を測定する．得られた pH が表に掲げた pH に一致しないとき，スパン校正用つまみを用いて，規定の pH に一致させる．二つの pH 標準液の pH が，調整操作なしに規定された pH に ±0.05 pH 単位以内で一致するまで同様の操作を繰り返す．なお，温度補償用つまみがある装置を用いる場合，目盛値を pH 標準液の温度に合わせた後，校正を行う．

なお，自動化された装置において，以上の操作を自動的に行う機能を有している場合，二つの pH 標準液の pH が，規定された pH に ±0.05 pH 単位以内で一致することを定期的に確認する必要がある．

装置の校正が終了した後，検出部をよく水で洗い，付着した水はろ紙などで軽くふきとる．検出部を試料溶液に浸し，安定な指示値を与えていることを確認した後，その値を読み取る．測定に当たり，必要ならば，試料溶液を緩やかにかき混ぜることができる．

なお，試料溶液の温度は，校正に用いた pH 標準液の温度と等しくさせる必要がある（±2 ℃ 以内）．また，試料溶液がアルカリ性であるとき，必要ならば，測定用の容器はふた付きのものを用い，窒素などの不活性ガス気流中で測定を行う．また，pH 11 以上で，アルカリ金属イオンを含む液は誤差が大きいので，アルカリ誤差の少ない電極を用い，更に必要な補正をする．

注意：pH 計の構造及び操作法の細部はそれぞれの pH 計によって異なる．

2.55 ビタミン A 定量法

ビタミン A 定量法は，「レチノール酢酸エステル」，「レチノールパルミチン酸エステル」，「ビタミン A 油」，「肝油」及びその他の製剤中のビタミン A を定量する方法である．第 1 法は，合成のエステル型ビタミン A の定量法として用いられるものであり，紫外可視吸光度測定法（第 1 法－1）又は液体クロマトグラフィー（第 1 法－2）が適用される．第 2 法は，通例，多数の幾何異性体を含む天然のビタミン A の定量法として用いられるものであり，アルカリ溶液中でけん化・抽出後，アルコール型ビタミン A として紫外可視吸光度測定法により測定する．

ビタミン A 1 単位（ビタミン A 1 国際単位と同じ）はアルコール型ビタミン A 0.300 μg に相当する．

操 作 法

操作は速やかに行い，光，空気，酸化剤，酸化触媒（例えば，銅，鉄），酸類及び熱に曝すことを避ける．また，必要ならば，着色容器を用いることができる．

通例，合成のエステル型ビタミン A に対しては，第 1 法－1 又は第 1 法－2 を用いるが，天然のビタミン A 又は第 1 法－1 で測定できる条件に適合しないエステル型ビタミン A 等には第 2 法を用いる．

第 1 法－1

試料約 0.1 g を精密に量り，ビタミン A 定量用 2-プロパノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液につき，1 mL 中にビタミン A 10 ～ 15 単位となるようにビタミン A 定量用 2-プロパノールを用いて正確に希釈して試料溶液とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．波長 220 ～ 400 nm の範囲で吸収スペクトルを測定し，吸収極大の波長を求める．また，波長 300 nm，310 nm，320 nm，326 nm，330 nm，340 nm 及び 350 nm における吸光度を測定し，波長 326 nm の吸光度（A_{326}）に対する各波長における吸光度（$A_{\lambda i}$）の比，$A_{\lambda i}/A_{326}$ を求める．

吸収極大波長が 325 ～ 328 nm の範囲にあり，各波長における吸光度の比（$A_{\lambda i}/A_{326}$）が，それぞれ表 2.55－1 に示した値の ±0.030 の範囲内にあるとき，次式を用いて試料 1 g 中のビタミン A 単位を算出する．

$$1\text{ g 中のビタミン A 単位数} = \frac{A_{326}}{W} \times \frac{V}{100} \times 1900$$

A_{326}：波長 326 nm における吸光度
V：調製した試料溶液の体積（mL）
W：試料溶液 V mL 中の試料量（g）
1900：エステル型レチノールの比吸光度の国際単位への変換係数（単位/g）

なお，本法は合成のエステル型ビタミン A（レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステル）を主成分とする原薬又は製剤の定量法として用いるが，吸収極大波長が 325 ～ 328 nm の範囲にないとき，又はそれぞれのエステル型ビタミン A の吸光度比（$A_{\lambda i}/A_{326}$）が表 2.55－1 に示した値の ±0.030 の範囲内にないときには第 2 法を用いる．

表 2.55－1　レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステルの吸光度比，$A_{\lambda i}/A_{326}$

λ_i（nm）	$A_{\lambda i}/A_{326}$	
	レチノール酢酸エステル	レチノールパルミチン酸エステル
300	0.578	0.590
310	0.815	0.825
320	0.948	0.950
330	0.972	0.981
340	0.786	0.795
350	0.523	0.527

第1法－2

適量の試料をとり，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．

ただし，レチノール酢酸エステルの定量にはレチノール酢酸エステル標準品を，レチノールパルミチン酸エステルの定量にはレチノールパルミチン酸エステル標準品をそれぞれ用いる．また，本法による操作手順，試験条件及びシステム適合性は，分析対象となる試料の特性，共存物質の種類と量，いずれのエステル型ビタミン A を定量しようとするのか等に応じて，適切に設定する．

第2法

別に規定するもののほか，ビタミン A 500 単位以上に相当し，油脂 1 g 以下を含む試料を精密に量り，フラスコに入れ，無アルデヒドエタノール 30 mL 及びピロガロールのエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加える．次に水酸化カリウム溶液（9 → 10）3 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱し，けん化する．速やかに常温まで冷却し，水 30 mL を加え，分液漏斗 A に移し，フラスコは水 10 mL，次いでジエチルエーテル 40 mL で洗い，洗液を分液漏斗 A に入れ，よく振り混ぜて放置する．水層を分液漏斗 B に分取し，ジエチルエーテル 30 mL でフラスコを洗った後，洗液を分液漏斗 B に入れ，振り混ぜて抽出する．水層はフラスコに分取し，ジエチルエーテル層は分液漏斗 A に合わせ，分取した水層は分液漏斗 B に入れ，ジエチルエーテル 30 mL を加え，振り混ぜて抽出する．ジエチルエーテル層は分液漏斗 A に合わせる．これに水 10 mL を加え，静かに 2 ～ 3 回倒立した後，静置し，分離した水層を除く．更に水 50 mL ずつで 3 回洗い，回の進むにつれて次第に強く振る．更に洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 50 mL ずつで洗った後，10 分間放置する．水をできるだけ除き，ジエチルエーテル抽出液を三角フラスコに移し，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い込む．次に無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜた後，傾斜してジエチルエーテル抽出液をナス型フラスコに移す．残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回以上洗い，洗液をフラスコに合わせる．ジエチルエーテル抽出液を 45℃ の水浴中で振り動かしながら，アスピレーターを用い，濃縮して約 1 mL とし，直ちにビタミン A 定量用 2-プロパノールを加えて溶かし，1 mL 中にビタミン A 6 ～ 10 単位となるように正確に薄め，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 310 nm，325 nm 及び 334 nm における吸光度 A_{310}，A_{325} 及び A_{334} をそれぞれ測定する．

$$1\ \mathrm{g}\ \text{中のビタミン A 単位数} = \frac{A_{325}}{W} \times \frac{V}{100} \times f \times 1830$$

$$f = 6.815 - 2.555 \times \frac{A_{310}}{A_{325}} - 4.260 \times \frac{A_{334}}{A_{325}}$$

A_{325}：波長 325 nm における吸光度

V：調製した試料溶液の体積（mL）

W：試料溶液 V mL 中の試料量（g）

f：補正係数

1830：アルコール型レチノールの比吸光度の国際単位への変換係数（単位/g）

2.56　比重及び密度測定法

密度 ρ（g/mL 又は g/cm^3）とは物質の単位体積あたりの質量であり，比重 d とは，ある体積を有する物質の質量とそれと等体積の標準物質の質量との比であり，相対密度ともいう．

比重 $d_t^{t'}$ とは，試料と水（H_2O）とのそれぞれの温度 t' ℃及び t ℃における等体積の質量の比をいう．別に規定するもののほか，測定には第 1 法，第 2 法又は第 4 法を用い，数値に「約」を付記してあるときは第 3 法を用いてもよい．

第1法　比重瓶による測定法

比重瓶は，通例，内容 10 ～ 100 mL のガラス製容器で，温度計付きのすり合わせの栓と標線及びすり合わせのふたのある側管とがある．あらかじめ清浄にし，乾燥した比重瓶の質量 W を量る．次に栓及びふたを除き，試料を満たして規定温度 t' ℃より 1 ～ 3℃低くし，泡が残らないように注意して栓をする．徐々に温度を上げ，温度計が規定温度を示したとき，標線の上部の試料を側管から除き，側管にふたをし，外部をよくふいた後，質量 W_1 を量る．同じ比重瓶で水を用いて同様に操作し，その規定温度 t ℃における質量 W_2 を量り，次の式より比重 $d_t^{t'}$ を求める．

$$d_t^{t'} = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

また，試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき（$t' = t$），温度 t' ℃における試料の密度 $\rho_T^{t'}$ を別表に示した温度 t' ℃における水の密度 $\rho_{S1}^{t'}$ 及び測定された比重 $d_t^{t'}$ を用いて，次の式より計算することができる．

$$\rho_T^{t'} = \rho_{S1}^{t'}\, d_t^{t'}$$

第2法　シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレンゲル・オストワルドピクノメーターは，通例，内容 1 ～ 10 mL のガラス製容器で，図 2.56－1 のように両端は肉厚細管（内径 1 ～ 1.5 mm，外径 3 ～ 4 mm）となっており，一方の細管 A には標線 C がある．あらかじめ清浄にし，乾燥したピクノメーターを白金又はアルミニウムなどの線 D で化学はかりの腕のかぎにかけて質量 W を量る．次に規定温度より 3 ～ 5℃低い試料中に細管 B を浸す．A にはゴム管又はすり合わせの細管を付け，泡が入らないように注意し，試料を C の上まで吸い上げる．次に規定温度 t' ℃の

水浴中に約 15 分間浸した後，B の端にろ紙片を当て，試料の先端を C に一致させる．水浴から取り出し，外部をよくふいた後，質量 W_1 を量る．同じピクノメーターで水を用いて同様に操作し，その規定温度 t ℃ における質量 W_2 を量る．第 1 法の式により比重 d_t^t を計算する．

また，試料及び水に対する測定を同一温度で行うとき（$t' = t$），第 1 法の式により温度 t' ℃ における試料の密度 ρ_T^t を計算することができる．

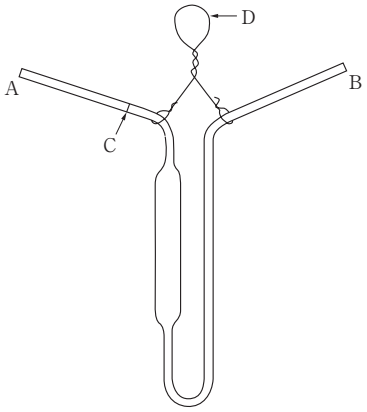


図 2.56－1 シュプレンゲル・オストワルドピクノメーター

第 3 法　浮きばかりによる測定法

浮きばかりをエタノール（95）又はジエチルエーテルで清浄にした後，試料をガラス棒でよくかき混ぜ，浮きばかりを入れ，それを規定された温度 t' ℃ にし，静止したとき，メニスカスの上縁で比重 d_t^t 又は密度 ρ_T^t を読む．ただし，温度 t ℃ はメニスカスが検定されたときの温度を示す．なお，読み方が表示してある浮きばかりでは，その方法に従う．また，試料の測定が行われた温度 t' ℃ がメニスカスが検定されたときの温度に等しいとき（$t' = t$），第 1 法の式を用いて比重 d_t^t より温度 t' ℃ における試料の密度 ρ_T^t を計算することができる．

第 4 法　振動式密度計による測定法

振動式密度計による密度の測定は，液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期 T（s）を測定することにより，試料の密度を求める方法である．密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき，試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する．試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば，そのときの固有振動周期の 2 乗と試料の密度との間には直線関係が成立する．

本法によって試料の密度を測定するためには，あらかじめ，規定温度 t' ℃ において 2 種類の標準物質（密度 ρ_{S1}，ρ_{S2}）につき，それぞれの固有振動周期 T_{S1} 及び T_{S2} を測定し，試料セル定数 K_f（$g \cdot cm^{-3}s^{-2}$）を次式より定めておく必要がある．

$$K_f = \frac{\rho_{S1}^t - \rho_{S2}^t}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例，標準物質として水及び乾燥空気が用いられる．温度 t' ℃ における水の密度 ρ_{S1}^t は別表より求め，乾燥空気の密度 ρ_{S2}^t は次式より計算する．ただし，乾燥空気の気圧を p kPa とする．

$$\rho_{S2}^t = 0.0012932 \times \{273.15 / (273.15 + t')\} \times (p / 101.325)$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し，同様にして試料の固有振動周期 T_T を測定すれば，先に求めた標準物質の固有振動周期 T_{S1} 及び規定温度 t' ℃ における水の密度 ρ_{S1}^t を用い，次式より試料の密度 ρ_T^t を求めることができる．

$$\rho_T^t = \rho_{S1}^t + K_f (T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度 t ℃ の水に対する試料の比重 d_t^t は，別表に示した温度 t ℃ の水の密度 ρ_{S1}^t を用いて次式より求められる．

$$d_t^t = \frac{\rho_T^t}{\rho_{S1}^t}$$

装　置

振動式密度計は，通例，内容積約 1 mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル，試料セルに初期振動を与える発振器，固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される．

振動式密度計の試料セル室周辺の構造を図 2.56－2 に示す．

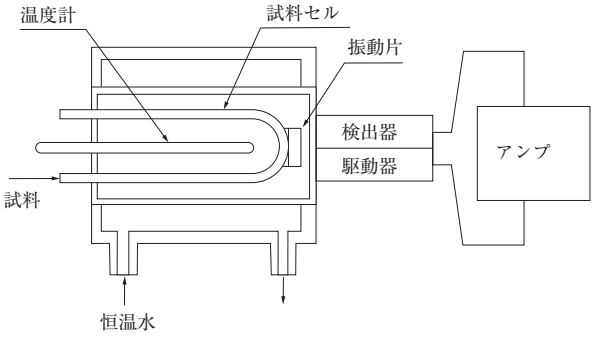


図 2.56－2 振動式密度計

操 作 法

試料セルと水及び試料を測定しようとする温度 t' ℃ にあらかじめ調整しておく．試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後，乾燥空気を通気して十分に乾燥する．乾燥空気の流れを止め，一定温度が保持されていることを確認した後，乾燥空気の与える固有振動周期 T_{S2} を測定する．別に，測定場所の大気圧 p kPa を測定しておく．次に試料セルに水を導入し，水の与える固有振動周期 T_{S1} を測定する．水及び乾燥空

表 2.56－1　水の密度

温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)	温度 (℃)	密度 (g/mL)
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259
10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565	40	0.99222

気についてのこれらの値を用いて試料セル定数 K_f を定める．

次に試料セル中に試料を導入し，一定温度が保持されていることを確認した後，試料の与える固有振動周期 T_T を測定する．水及び試料の固有振動周期，水の密度 ρ_{St}^{f} 及び試料セル定数 K_f より，試料の密度 ρ_T^f を求める．また，必要があれば，温度 t ℃ の水に対する試料の比重 d_t^f は，表 2.56－1 に示した水の密度 ρ_{St}^{f} を用いて計算される．

なお，試料セル中に試料又は水を導入するとき，気泡が入らないよう注意する必要がある．

2.57　沸点測定法及び蒸留試験法

沸点の測定及び蒸留試験は，別に規定するもののほか，次の第 1 法又は第 2 法による．沸点は，最初の留液 5 滴が冷却器の先端から留出したときから，最後の液がフラスコの底部から蒸発するときまでの温度とする．また，蒸留試験は規定の温度範囲の留分の容量を量るものである．

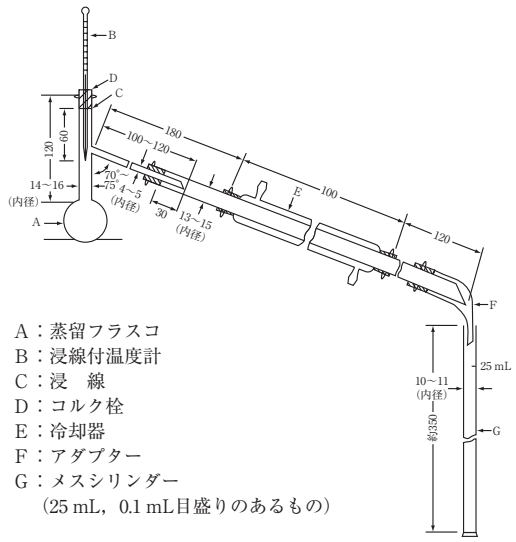
第 1 法　規定の温度範囲が 5 ℃ 未満のとき

（1）　装置

図 2.57－1 に示すものを用いる．

（2）　操作法

あらかじめ液温を測定した試料 25 mL を 0.1 mL の目盛りのあるメスシリンダー G を用いて量り，内容 50 ～ 60 mL の蒸留フラスコ A に入れ，このメスシリンダーを洗わずに受器とし，A に沸騰石を入れ，浸線付温度計 B は浸線 C がコルク栓 D の下端にくるように，また，水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け，A に冷却器E を連結し，E にはアダプター F を接続し，F の先端は受器のメスシリンダー G の口にわずかに空気が流通するようにしてさし込む．A を覆う高さの風よけを付け，適当な熱源を用いて A を加熱する．ただし，直火で加熱するときは，A を耐熱性断熱材料の板〔150 mm × 150 mm，厚さ約 6 mm の耐熱性断熱材料製の板（又は 150 mm × 150 mm の金網に厚さ約 6 mm の耐熱性断熱材料を固着したもの）の中央に直径 30 mm の円形の穴をあけたもの〕の穴にのせて加熱する．



A：蒸留フラスコ
B：浸線付温度計
C：浸　線
D：コルク栓
E：冷却器
F：アダプター
G：メスシリンダー
（25 mL，0.1 mL目盛りのあるもの）

数字は mm を示す

図 2.57－1

別に規定するもののほか，測定温度 200 ℃ 未満のものは 1 分間 4 ～ 5 mL，200 ℃ 以上のものは 1 分間 3 ～ 4 mL の留出速度で蒸留し，沸点を読み取り，また，蒸留試験では留液の温度を初めの試料の液温と等しくし，留分の容量を量る．

80 ℃ 以下で蒸留し始める液では，あらかじめ試料を 10 ～ 15 ℃ に冷却してその容量を量り，蒸留中はメスシリンダーの上部から 25 mm 以下を氷冷する．

気圧に対する温度の補正は 0.36 kPa につき 0.1 ℃ とし，気圧 101.3 kPa 未満のときはこれを加え，101.3 kPa を超えるときはこれを減じる．

第 2 法　規定の温度範囲が 5 ℃ 以上のとき

（1）　装置

第 1 法と同様の装置を用いる．ただし，蒸留フラスコ A は内容 200 mL，首の内径 18 ～ 24 mm で内径 5 ～ 6 mm の留出管が付いているものを用いる．また，直火で加熱するとき用いる耐熱性断熱材料製の板は中央部に直径 50 mm の円形の穴をあけたものとする．

（2）　操作法

あらかじめ液温を測定した試料 100 mL を 1 mL の目盛りのあるメスシリンダーを用いて量り，第 1 法と同様に操作する．

2.58　粉末 X 線回折測定法

粉末 X 線回折測定法は，原則として無配向化した粉末試料に X 線を照射し，その物質中の電子を強制振動させることにより生じる干渉性散乱 X 線による回折強度を，各回折角について測定する方法である．結晶性物質の X 線回折パターンは各化合物の各結晶形に固有かつ特徴的である．したがって，本測定法は結晶，結晶多形及び溶媒和結晶の同定，判定又は定量，結晶性の定性的評価，結晶化度の測定などに用いることができる．一方，非晶質は明確な構造の規則性を持たず，ランダムな分子配列のため，干渉性 X 線散乱強度が小さく，その X 線回折パターンは散漫性の極大を持つハローパターンを示す．このため非晶質，結晶性の著しく低下した試料に対する本測定法の適用は限られる．

結晶性物質では，構成分子や原子が一定の周期性をもって規則正しく三次元配列して立体的な格子を形成しており，この格子の最小単位が単位格子である．単位格子中の任意の三格子点で規定される平面は，多くの平行な面の群を形成し，その面に特有な一定の面間隔が存在する．これらの面の群を結晶面と呼び，通例，ミラー指数 hkl で表す．この指数は，各単位格子の三主軸の長さを各主軸上のある結晶面の切片の長さで割った各値を一組の最も小さい整数に変換したものである．ある一組の平行な面（hkl）の面間隔は d_{hkl} で表す．

ある結晶面により X 線回折が生じる可能性及び干渉性散乱 X 線の回折方向は，ブラッグの法則で規定される．入射 X 線の波長を λ，結晶面に対する X 線の入射角及び反射角を θ，

反射次数を n とすると，

$$2\,d_{hkl}\,\sin\,\theta\,=\,n\lambda$$

を満たす角度でのみ X 線回折が生じる．したがって，面（hkl）の回折角 $2\,\theta$ は面間隔を規定する結晶系，格子定数及び入射 X 線の波長によって決定される．

一方，干渉性散乱 X 線の回折強度は，構造因子，温度因子，結晶化度，入射 X 線強度，粉末試料の体積と密度，偏光因子，多重度因子，ローレンツ因子，吸収因子などの影響を受ける．この中で，偏光因子は入射 X 線の単色化方法に，ローレンツ因子は測定装置の幾何学的条件に，多重度因子は結晶系に，吸収因子は構成原子に，温度因子及び結晶化度は実験温度及び測定試料の結晶性に，また，構造因子は構成原子の種類及び単位格子中の位置にそれぞれ依存する．

装　置

通例，計数管を検出器としたディフラクトメーターを粉末 X 線回折装置として用いる．ディフラクトメーターは X 線発生装置，ゴニオメーター，計数装置，制御演算装置等からなる．

X 線発生装置は，X 線管球内で加熱された陰極から出た熱電子を電場により加速し，対陰極に照射することで X 線を発生させる．粉末 X 線回折装置では波長に分布のある連続 X 線部分を除き，単色化した特性 X 線のみを用いる．特性 X 線の波長は対陰極に使用する金属の種類で決定されるので，測定試料に適した波長の X 線が得られるように対陰極の種類を選択する．

ゴニオメーターは X 線の入射する方向と試料面及び試料面と計数装置との角度を走査する装置である．通例，両角度が等しくなるように走査する対称反射法で測定する．ゴニオメーターには特性 X 線を取り出すためのフィルター又はモノクロメーターを取り付ける．更に，付属装置として試料の加熱，冷却装置を取り付けることができる．

計数装置は粉末試料により回折した X 線を電気的な信号に交換する検出器と，得られた電気的信号を回折強度に換算する部分よりなる装置である．通例，検出器としては比例計数管又はシンチレーション計数管を用いる．

制御演算装置はゴニオメーターの角度の制御及び得られた回折強度の記録，データ処理を行う装置である．

操 作 法

測定前の対陰極の種類，X 線管球の管電流と管電圧，走査速度，走査範囲，時定数等を測定の目的に合致するように調整する．通例，有機化合物，高分子化合物の測定には銅を対陰極として用いる．

通例，測定試料はアルミニウム又はガラス製の平板試料ホルダーの充てん部に粉末試料を充てん成形することにより調製する．このとき，粉末試料粒子は原則として無配向化されたものを用いる．通例，試料粉末を無配向化する方法として試料をめのう製乳鉢等で粉砕し，微細結晶とする方法を用いる．しかし，試料の物性あるいは測定目的によりこの方法が不適当な場合があり，粉砕操作が試料結晶の結晶性等に影響を与えることがあるので注意する．また，試料面は試料ホルダーと一致した平面を形成し，試料ホルダーを対称反射の位置に正しく設置する必要がある．試料結晶を試料ホルダー充てん部に押し付けて成形することにより結晶面が配向することがあるので注意する．

同定及び判定

同定は測定した試料の粉末 X 線回折パターンを標準試料のそれと比較することにより行う．結晶多形，溶媒和結晶の判定はそれぞれの結晶形が示す固有の特徴的な X 線回折パターンを測定した試料間で相互に比較するか，又は標準試料のそれと比較することにより行う．

回折 X 線の相対強度（ある回折角でのピーク強度と基準ピークの強度，通例，X 線回折パターン中最も強いピーク強度との比）と面間隔 d を比較に用いる．ただし，同一の X 線波長を用いて測定された試料間の同定には，面間隔の代わりに回折角を比較に用いることができる．医薬品各条で別に規定するもののほか通例，有機化合物の結晶では，回折角の走査範囲は 5°～40°である．同定又は判定しようとする X 線回折パターンを比較するとき，両者の X 線回折パターンが同一の面間隔のところに同様の相対強度の回折ピークを与えるならば，両者の同一性が確認される．同一結晶形では通例，回折角は ±0.2° の範囲内で一致する．

定　量

粉末 X 線回折測定法による定量は精度が高くない．そのため通例，本測定法で定量を行うのは結晶多形，溶媒和結晶の量的評価及び結晶化度の測定に限られる．

結晶多形，溶媒和結晶の示す特徴的回折ピークから適当なピークを選択してそれら結晶形の定量を行う．通例，一定質量の分析する試料について，特徴的なピークの強度を測定し，あらかじめ標準試料を種々の割合で含む試料から作成した検量線を用いて分析する．又は，分析する試料に一定割合の内標準物質を加え，試料の特徴的な回折ピークと内標準物質のそれとの回折強度比を測定し，あらかじめ標準試料と内標準物質の種々の割合の混合物から作成した検量線を用いて分析する．このとき，結晶面方向の異なる 2 つ以上の回折ピークを用いて定量を行うことで配向の影響がないことを確認できる．内標準物質は試料と同程度の密度を持ち，X 線に対する吸収の性質が類似し，試料の特徴的回折ピークと重ならない回折ピークを持つものを選択する．

X 線照射の際，不適切な使用が健康を害する可能性があるので注意が必要である．

2.59　有機体炭素試験法

有機体炭素試験法は，水中に存在する有機物を構成する炭素（有機体炭素）の量を測定する方法である．通例，有機物を燃焼により分解する乾式分解法や，有機物を紫外線照射又は酸化剤を添加することにより分解する湿式分解法で二酸化炭素に分解した後，赤外線分析法，電気伝導率測定法又は比抵抗測定法などの適当な方法で二酸化炭素の量を定量し，その値から水中に存在する有機体炭素の量を求める方法である．

水中に存在する炭素には有機体の炭素と無機体の炭素があり，測定に際しては水中の総炭素量を測定した後，無機体の炭素の量を差し引くか，あらかじめ水中の無機体の炭素を除去した後，残った有機体炭素の量を測定する．

装　置

試料導入部，分解部，二酸化炭素分離部，検出部及びデータ処理装置又は記録装置よりなる有機体炭素測定装置で，有機体

炭素を 0.050 mg/L 以下まで測定可能な装置を用いる．

試料導入部は試料をマイクロシリンジを用いて注入するか，又は適当なサンプリング装置により一定量の試料を注入できる構造を持つ．分解部は乾式分解法による装置においては，各装置により規定された一定温度に調節された燃焼管及び加熱用電気炉などからなり，また，湿式分解法による装置においては，酸化反応用容器，紫外線ランプ，分解助剤注入装置及び加熱装置などからなる．なお，分解部はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液（0.806 mg/L）の有機体炭素量を測定するとき，炭素として 0.450 mg/L 以上を検出できる装置を用いる．二酸化炭素分離部は，分解により生じた二酸化炭素中の水分を除去する装置又は試料分解物から二酸化炭素を分離する装置である．検出器は赤外線ガス分析計，電気伝導率計又は比抵抗計などが用いられ，二酸化炭素分離部より導入された二酸化炭素をその濃度に比例した電気信号に変換するものである．データ処理装置は，検出器により変換された電気信号から試料中の有機体炭素濃度を算出するもので，記録装置は検出器により変換された電気信号の強さを記録するものである．

試薬，標準液

有機体炭素の測定に用いる水（測定用水）：標準液又は分解助剤などの調製及び試験器具の最終すすぎなどに用いる水で，その有機体炭素値は，容器に採取して有機体炭素の測定を行うとき，その炭素値が 0.250 mg/L 以下のものを用いる．

フタル酸水素カリウム標準液：標準液の濃度は各装置の指定による．フタル酸水素カリウム（標準試薬）を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷した後，その一定量を正確に量り，測定用水を加えて調製する．

無機体炭素測定用標準液：標準液の濃度は各装置の指定による．炭酸水素ナトリウムをデシケーター（硫酸）で 18 時間以上乾燥する．別に，炭酸ナトリウム（標準試薬）を 500 ～ 600 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷する．これらの一定量を，その炭素量が 1：1 になるように正確に量り，測定用水を加えて調製する．

分解助剤：ペルオキソ二硫酸カリウム又はこれと同一の目的に使用し得る物質の一定量に測定用水を加えて溶かし，各装置で規定された濃度に調整する．

無機体炭素除去用ガス及びキャリヤーガス：窒素，酸素又はこれと同一の目的に使用し得る物質を用いる．

無機体炭素除去用酸：塩酸，リン酸又はこれと同一の目的に使用し得る物質に測定用水を加えて希釈し，各装置で指定された濃度に調整する．

試験器具

試料採取用容器及び試薬調製用容器：容器表面から有機体炭素を溶出しないような材質，例えば硬質ガラス製の容器を用い，薄めた過酸化水素（30）（1 → 3）/希硝酸混液（1：1）に浸漬し，測定用水で十分に洗浄したものを用いる．

マイクロシリンジ：水酸化ナトリウム溶液（1 → 20）/エタノール（99.5）混液（1：1）又は薄めた塩酸（1 → 4）で洗浄し，測定用水で十分に洗浄したものを用いる．

操 作 法

測定の方法はそれぞれの装置に適する方法による．装置はフタル酸水素カリウム標準液を用いて，使用する装置が指定する操作方法により，校正を行う．

装置は試験対象とする水の製造ライン内に組み込んで設置することが望ましい．試料を容器に採取した後，測定を行うとき，試料採取及び測定は有機溶媒及びこれと同様に本試験の結果に影響を与える物質の使用を禁止した，できるだけ清浄な環境のもとで行い，できるだけ大きい容器に大量の試料を採取して行うことが望ましい．また，測定は試料採取後できるだけ速やかに行うことが望ましい．

（1） 総炭素量から無機体炭素量を差し引き，有機体炭素量を測定する方法

各装置の操作法に従い，予想される総炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する．試料中の有機体炭素及び無機体炭素を分解し，生成した二酸化炭素を検出部で検出し，データ処理装置又は記録装置を用いて試料中の総炭素量を測定する．次に試料中の無機体炭素量のみを測定するように装置を設定し，総炭素量の測定と同様に操作し，無機体炭素の量を測定する．この値を総炭素量から差し引くことにより，試料中の有機体炭素の量を測定する．

（2） あらかじめ無機体炭素を除去した後，有機体炭素量を測定する方法

試料に無機体炭素除去用酸を添加し，窒素などの無機体炭素除去用ガスを吹き込み，無機体炭素を除去した後，各装置の操作法に従い，予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する．試料を分解し，生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する．また，装置内において無機体炭素を除去した後，有機体炭素を測定する装置にあっては，各装置の操作法に従い，予想される有機体炭素量が適切に測定できる量の試料を試料導入部より注入する．装置の分解部において試料に無機体炭素除去用酸を添加し，無機体炭素除去用ガスを吹き込み，無機体炭素を除去した後，有機体炭素を分解し，生成した二酸化炭素を検出部で検出してデータ処理装置又は記録装置により有機体炭素の量を測定する．

2.60　融点測定法

融点とは，通例，結晶性物質が加熱により融解し，固相と液相が平衡状態にあるときの温度と定義されるが，実用的には試料の加熱昇温過程での状態変化を観察し，融け終わりの温度を測定して，これを融点とする．融点は，純物質においてはそれぞれの物質に固有の値を示すことから，物質の同定，確認に用いられるほか，純度の指標ともなる．

融点は，次のいずれかの方法で測定する．比較的純度が高く，粉末状に試料を調製できる物質の融点は第 1 法により，水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第 2 法により，ワセリン類の融点は第 3 法により測定する．

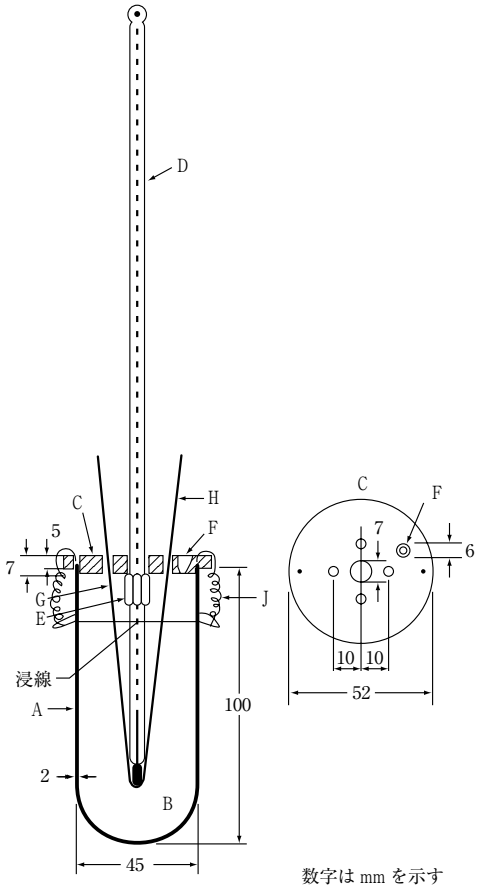
測定は，別に規定するもののほか，第 1 法により行う．

第 1 法　通例，比較的純度が高く，粉末状に試料を調製できる物質に適用する．

装　置

図 2.60－1 に示すものを用いる．ただし，攪拌，加温及び冷却操作等が自動化された装置を用いることができる．

浴液：通例，常温における動粘度 50 ～ 100 mm^2/s の澄明なシリコン油を用いる．



A：加熱容器（硬質ガラス製）
B：浴液
C：テフロン製ふた
D：浸線付温度計
E：温度計固定ばね
F：浴液量加減用小孔
G：コイルスプリング
H：毛細管
J：テフロン製ふた固定ばね

図 2.60－1　融点測定装置

浸線付温度計：測定温度範囲により，1 号 ～ 6 号の温度計がある．融点が 50 ℃ 未満のときは 1 号，40 ℃ 以上 100 ℃ 未満のときは 2 号，90 ℃ 以上 150 ℃ 未満のときは 3 号，140 ℃ 以上 200 ℃ 未満のときは 4 号，190 ℃ 以上 250 ℃ 未満のときは 5 号，240 ℃ 以上 320 ℃ 未満のときは 6 号を用いる．

毛細管：内径 0.8 ～ 1.2 mm，長さ 120 mm，壁の厚さ 0.2 ～ 0.3 mm で一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる．

操作法

試料を微細の粉末とし，別に規定するもののほか，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥する．また，乾燥後とあるときは，乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる．

この試料を乾燥した毛細管 H に入れ，閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた長さ約 70 cm のガラス管の内部に落とし，はずませて固く詰め，層厚が 2.5 ～ 3.5 mm となるようにする．

浴液 B を加熱し，予想した融点の約 10 ℃ 下の温度まで徐々に上げ，浸線付温度計 D の浸線を浴液のメニスカスに合わせ，試料を入れた毛細管をコイルスプリング G に挿入し，試料を詰めた部分が温度計の水銀球の中央にくるようにする．次に 1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱して温度を上げ，予想した融点より約 5 ℃ 低い温度から 1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．

試料が毛細管内で液化して，固体を全く認めなくなったときの温度計の示度を読み取り，融点とする．

装置適合性　装置適合性の確認は，融点標準品を用いて定期的に行う．融点標準品は，2 号 ～ 5 号温度計を用いる場合の装置適合性評価のために調製されたものであり，異なる融点を持つ 6 種の高純度物質（アセトアニリド，アセトフェネチジン，カフェイン，スルファニルアミド，スルファピリジン，ワニリン）が選択されており，それぞれの物質の融点 MP_f（融け終わり温度）が表示される．予想される試料の融点に合わせて温度計及び融点標準品を選択し，操作法に従って融点標準品の融点を測定するとき，ワニリン及びアセトアニリドの融点が $MP_f \pm 0.5$ ℃，アセトフェネチジン及びスルファニルアミドの融点が $MP_f \pm 0.8$ ℃，スルファピリジン及びカフェインの融点が $MP_f \pm 1.0$ ℃ の範囲にあるとき，装置の適合性が確認されたものとする．ただし，上記の測定は繰り返し 3 回行い，その平均値をもって融点とする．なお，不適合と判定されたとき，上記の操作法に従って試料の充てん，温度計及び毛細管の位置，浴液の加熱・撹拌，温度上昇速度の制御等が正しく行われているか確認し，再試験を行う．これらの条件設定が正しく行われていても，なお上記の判定基準に適合しないとき，浸線付温度計の再検定又は交換を行う必要がある．

第 2 法　脂肪，脂肪酸，パラフィン又はろう等に適用する．

装　置

第 1 法の装置に替えて，水を入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる．温度計は，浸線付温度計又は全没式温度計を用いる．また，毛細管は，第 1 法で規定したものと同様なもので，両端を開いたものを用いる．

操作法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し，これを，泡が入らないようにして毛細管中に吸い上げ，約 10 mm の高さとする．毛細管から試料が流出しないように保ち，10 ℃ 以下で 24 時間放置するか又は少なくとも 1 時間，氷上に放置した後，試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計に取り付ける．毛細管を取り付けた温度計を水を入れたビーカーに入れ，試料の下端を水面下 30 mm の位置になるよう固定する．水を絶えずかき混ぜながら加温して，予想した融点より 5 ℃ 低い温度に達したとき，1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．毛細管中で試料が浮上するときの温度計の示度を読み取り，融点とする．

第 3 法　ワセリン類に適用する．

装　置

第 1 法の装置に替えて，水を入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる．温度計は，浸線付温度計又は全没式温度計を用いる．

操作法

試料をよくかき混ぜながら徐々に 90 ～ 92 ℃ まで加熱して融解した後，加熱をやめ，試料の融点より 8 ～ 10 ℃ 高い温度となるまで放冷する．温度計を 5 ℃ 付近に冷却し，ぬぐって乾燥し，直ちに水銀球の半分を試料中にさし込み，直ちに

抜き取り，垂直に保ち，放冷し，付着した試料が混濁してきたとき，16 ℃ 以下の水中に 5 分間浸す．次に試験管に温度計を挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が 15 mm になるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を約 16 ℃ の水を入れたビーカー中に吊るし，浴液の温度が 30 ℃ になるまでは 1 分間に 2 ℃ 上昇するように，その後は 1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．温度計から，融解した試料の最初の 1 滴が離れたときの温度を測定する．この操作を 3 回行い，測定値の差が 1 ℃ 未満のときはその平均値をとり，1 ℃ 以上のときは更にこの操作を 2 回繰り返し，合わせて 5 回の繰り返し試験の平均値をとり，融点とする．

3. 粉体物性測定法

3.01　かさ密度及びタップ密度測定法

かさ密度及びタップ密度測定法は，それぞれ粉末状医薬品の疎充てん時及びタップ充てん時におけるみかけの密度を測定する方法である．疎充てんとは，容器中に粉体を圧密せずにゆるやかに充てんすることであり，タップ充てんとは，粉体を充てんした容器を一定高さより一定速度で繰り返し落下させ，容器中の粉体のかさ体積がほぼ一定となるまで密に充てんすることである．なお，みかけの密度は単位かさ体積当たりの質量（g/mL）で表される．また，みかけの密度は，粉体の充てん性，圧縮性，流動性等の尺度となる特性値の一つであるが，充てん方法や履歴により影響を受けるので，どのような条件下で測定したかを記載する．

かさ密度

かさ密度は，容器中に粉体を圧密せずにゆるやかに充てんすることにより得られるみかけの密度である．かさ密度の測定は，メスシリンダーに入れた質量既知の粉体試料のかさ体積を測定する方法（第 1 法）又は容量既知の容器に充てんされた粉体の質量を測定する方法（第 2 法）のいずれかにより行う．

第 1 法　定質量法

別に規定するもののほか，保存中に形成された凝集体を解砕するために，試験に必要な量の試料を 16 号（1000 μm）ふるいを通して調製する．約 30 g の試料を精密に量り，乾いた 100 mL ガラス製メスシリンダー（目盛り：1 mL 刻み）に圧密せずに入れ，必要ならば，粉体層の上面を圧密せずに注意してならした後，目盛りの最小単位までかさ体積を読み取る．次式によりかさ密度 ρ_B を計算する．

$$\rho_B = M / V_0$$

ρ_B：定質量法によるかさ密度（g/mL）
M：粉体の質量（g）
V_0：粉体のかさ体積（mL）

測定は繰り返し 3 回行い，その平均値を求め，定質量法によるかさ密度とする．ただし，試料約 30 g が多すぎる場合，かさ体積が 60 ～ 100 mL となるように試料の質量を調整する．

第 2 法　定容量法

別に規定するもののほか，保存中に形成された凝集体を解砕するために，試験に必要な量の試料を 16 号（1000 μm）ふるいを通して調製する．その試料を容量 V，質量 M_0 のステンレス製測定用容器内にあふれるまで流下させる．次に，容器の上部に堆積した過剰量の粉体をスライドガラスなどを用いて注意深くすり落とす．容器の側面に付着したすべての試料を刷毛などを用いて除去した後，全体の質量 M_t を量る．次式によりかさ密度 ρ_B を計算する．

$$\rho_B = (M_t - M_0) / V$$

ρ_B：定容量法によるかさ密度（g/mL）
M_t：粉体と測定用容器の合計質量（g）
M_0：測定用容器の質量（g）
V：測定用容器の容量（mL）

測定は繰り返し 3 回行い，その平均値を求め，定容量法によるかさ密度とする．

タップ密度

タップ密度は，粉体試料を入れた測定用容器を機械的にタップすることにより得られるみかけの密度である．タップ密度の測定は，容器に入れた質量既知の粉体試料をタップ充てんしたときのかさ体積を測定する方法（第 1 法）又は容量既知の容器にタップ充てんされた粉体の質量を測定する方法（第 2 法）のいずれかにより行う．

第 1 法　定質量法

別に規定するもののほか，保存中に形成された凝集体を解砕するために，試験に必要な量の試料を 16 号（1000 μm）又は 22 号（710 μm）ふるいを通して調製する．約 100 g の試料を精密に量り，250 mL ガラス製メスシリンダー（目盛り：2 mL 刻み）に圧密せずに入れる．試料量が十分に得られない場合，100 mL ガラス製メスシリンダー（目盛り：1 mL 刻み）を用いて同様に操作する．タップ密度試験器のタップ時の安定性を乱さないよう，支持台及びメスシリンダーの質量に注意する必要がある．

試料を充てんしたガラス製メスシリンダーをタップ密度試験器にセットした後，それぞれの試験器で規定される測定条件（タップ速度及び落下高さ）を用いて行う．ただし，測定条件は必ず記録しておく必要がある．

別に規定するもののほか，連続する二つの測定値間の差が直前の測定値に対して 2 % 未満となるまで 50 回又は 1 分間ずつタップを繰り返し，このときの最終かさ体積 V_f を求める．次式によりタップ密度 ρ_T を計算する．

$$\rho_T = M / V_f$$

ρ_T：定質量法によるタップ密度（g/mL）
M：粉体の質量（g）
V_f：粉体の最終かさ体積（mL）

測定は繰り返し 3 回行い，その平均値を求め，定質量法によるタップ密度とする．

第 2 法　定容量法

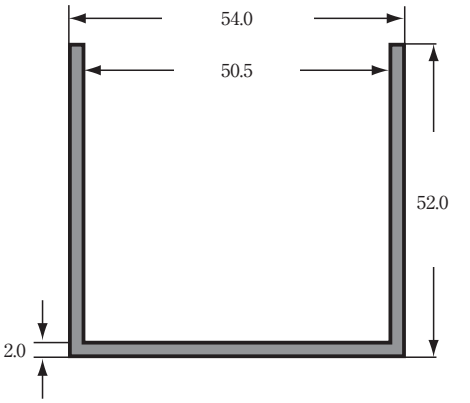
別に規定するもののほか，保存中に形成された凝集体を解砕

するために，試験に必要な量の試料を 16 号（1000 μm）ふるいを通して調製する．質量 M_0 及び容量 V 既知のステンレス製測定用容器に補助円筒を装着し（図 3.01－1），その容器内に試料を十分な量注入する．一定の落下高さが得られる適切なタップ密度試験器に容器をセットした後，それぞれの試験器で規定されたタップ速度及びタップ回数を用いて試験を行う．次に補助円筒を外し，スライドガラスなどを用いて容器の上部に堆積した過剰量の粉体を注意深くすり落とす．容器の側面に付着したすべての試料を刷毛などを用いて除去した後，全体の質量 M_t を量る．次式によりタップ密度 ρ_T を計算する．

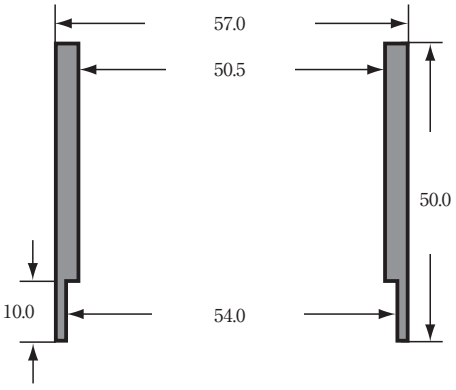
$$\rho_T = (M_t - M_0) / V$$

ρ_T：定容量法によるタップ密度（g/mL）
M_t：粉体と測定用容器の合計質量（g）
M_0：測定用容器の質量（g）
V：測定用容器の容量（mL）

測定は繰り返し 3 回行い，その平均値及び相対標準偏差を求める．相対標準偏差が 2 % 以上の場合，タップ回数を変えて試験を繰り返す．
注意：本測定法には，感量 0.1 g のはかりを用いる．



かさ密度及びタップ密度測定用容器



補助円筒

数字は mm を示す．
本図は 100 mL 容器及び補助円筒の一例である．

図 3.01－1　定容量法によるかさ密度及びタップ密度測定用容器

3.02　比表面積測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

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

多 点 法

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

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

P ：－195.8 ℃（液体窒素の沸点）で試料表面と平衡状態にある吸着気体の分圧（Pa）
P_0：吸着気体の蒸気圧（Pa）
V_a：標準状態（0 ℃，1.013×10^5 Pa）における吸着気体の体積（mL）
V_m：試料表面でみかけの単分子層を形成する標準状態における吸着気体の体積（mL）
C ：試料表面における吸着気体の吸着エンタルピーに関係する定数

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

$$S = (V_m N a) / (m \times 22400) \qquad (2)$$

N：アボガドロ数　6.022×10^{23}/mol
a ：吸着気体分子 1 個の有効断面積（m^2）
　N_2：0.162×10^{-18}
　Kr：0.195×10^{-18}
m：粉末試料の質量（g）

比表面積の単位は，通例，m^2/g の単位を用いて示す．

一 点 法

動的流動法（第 1 法）又は容量法（第 2 法）による比表面積の測定については，通例，少なくとも 3 つの異なる P/P_0

における V_a の測定が必要である．しかし，0.30 付近の P/P_0 で測定された V_a の値から次式を用いて V_m を求め，比表面積を計算することができる．

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

一点法は，物質に関係する定数 C が 1 よりはるかに大きい物質の粉末試料について用いることができる．一点法により求めた比表面積と多点法により求めた値が近似していれば，$1/C$ がほぼ 0 であることを示している．定数 C が大きな値を示すと予想される一連の粉末試料については，その試料の 1 つについて多点法により C を求め，その値を用いることにより V_m に関する誤差を減少させることができる．このとき，次式によって P/P_0 において測定された V_a の値から V_m が計算される．

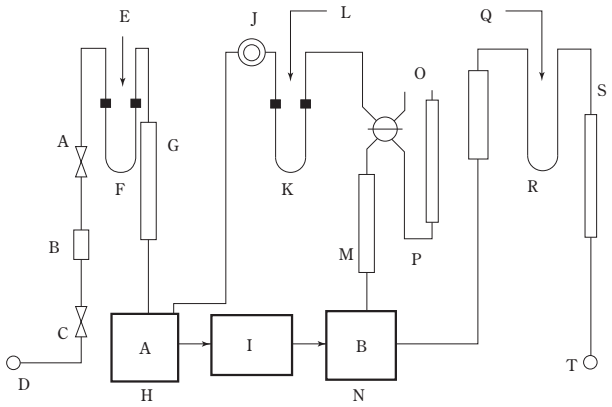
$$V_m = V_a \left(\frac{P_0}{P} - 1\right)\left(\frac{1}{C} + \frac{C - 1}{C} \times \frac{P}{P_0}\right) \quad (4)$$

試料の調製

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

第 1 法　動的流動法

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



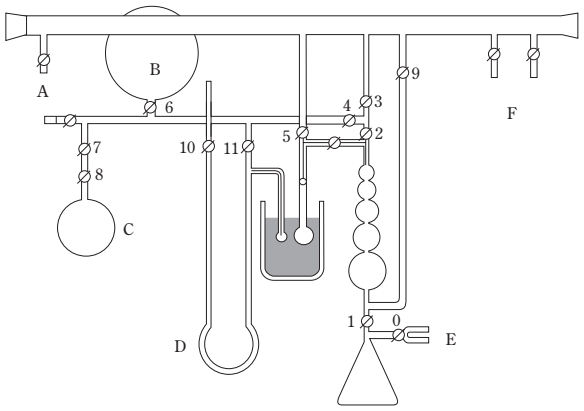
A：流量制御バルブ
B：微分流量制御計
C：開閉バルブ
D：気体流入口
E：O リングシール
F：冷却トラップ
G：熱平衡管
H：検出器
I：デジタル画面
J：校正用隔膜
K：試験用セル
L：すり合せ連結管
M：短流路安定管
N：検出器
O：流路選択バルブ
P：長流路安定管
Q：流量計
R：脱気用部位
S：拡散調節装置
T：排気口

図 3.02－1　動的流動法装置の概略図

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

第 2 法　容量法

容量法（図 3.02－2）で汎用される吸着気体は窒素であり，これをあらかじめ脱気した粉末試料上の空間に一定の平衡圧



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

図 3.02－2　容量法装置の概略図

P になるように導入する．ヘリウムは，死容積を測定する目的で用いられる．

試料表面の汚染を防ぐため，試料管内に乾燥した少量の窒素を入れ，試料管を外し，ストッパーを挿入する．その質量を量り，試料の質量を求める．試料管を測定装置に取り付け，試料管内を注意深く所定の圧力（2 ～ 10 Pa）まで減圧する．必要な場合は試料管内の死容積の測定を行う．液体窒素を入れたデュアー瓶を試料管上の所定の位置まで上げ，必要な P/P_0 となるように十分な量の窒素を導入し，吸着した気体の体積 V_a を測定する．多点法では連続的により高い P/P_0 で V_a の測定を繰り返し行う．吸着気体として窒素を用いるときは，0.10，0.20，0.30 の P/P_0 が適切である．

標準物質

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

3.03　粉体の粒子密度測定法

粉体の粒子密度測定法は，粉末状医薬品又は医薬品原料の粒子密度を測定する方法であり，通例，気体置換型ピクノメータを用いて測定する．この方法による粉体の密度は，密閉された系の中で粉体によって置換される気体の体積が，粉体の体積に等しいとみなすことにより求められる．疎充てん時のかさ密度又はタップ充てん時のタップ密度は，粒子間の空隙体積を含めて粉体の体積とみなすことから，粉体のみかけの密度を表すのに対し，ピクノメータ法による粒子密度は，気体の浸入が可能な開孔部のある空隙体積を除いて粉体の体積を評価するため，結晶密度にほぼ等しい粉体の粒子密度を表す．

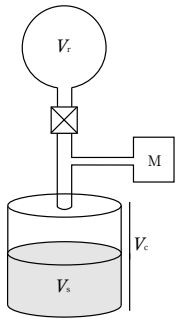
粉体の粒子密度は，単位体積当たりの質量（kg/m^3）で表されるが，通例，g/cm^3 で表す．

装　置

ピクノメータ法による粒子密度測定装置の模式図を図 3.03－1 に示す．装置は，試料が入れられる試験用セル，対照セル及び圧力計から構成される．

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

装置の校正　試験用セル及び対照セルの容積 V_c，V_r は，小数第 3 位（0.001 cm^3）まで正確に求められている必要があり，体積測定に求められる正確さを保証するために，通例，体積既知の粒子密度測定用校正球を用いて，装置の校正を次のように行う．最初に空の試験用セルについて，次に粒子密度測定用校正球が置かれた試験用セルについて，操作法に基づく最終圧力 P_f の測定を行い，試験用セルの容積 V_c 及び対照セルの容積 V_r を操作法の項に示した式より求める．なお，最初の操作においては，試料体積 $V_s = 0$ とみなして計算することができる．



V_r：対照セルの容積（cm^3）
V_c：試験用セルの容積（cm^3）
V_s：試料体積（cm^3）
M：圧力計

図 3.03－1 気体置換型ピクノメータ（粒子密度測定装置）の模式図

操 作 法

粒子密度の測定は，15 ～ 30 ℃ において行うこととし，測定中，2 ℃ 以上の温度変化があってはならない．

最初に試験用セルの質量を量り，記録しておく．医薬品各条中で規定された量の試料を量り，試験用セルに入れた後，セルを密閉する．次に，試験用セルに測定用気体（ヘリウム）を通気し，粉体中の揮発性不純物を除去する．必要ならば，あらかじめ試料粉体を減圧下に置き，揮発性不純物を除いた後，測定用試料とする．

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

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

V_r：対照セルの容積（cm^3）
V_c：試験用セルの容積（cm^3）
V_s：試料体積（cm^3）
P_i：初期圧力（kPa）
P_f：最終圧力（kPa）
P_r：対照圧力（kPa）

同一試料について上記の測定を繰り返し，連続して測定した試料体積が 0.5 % 以内で互いに一致することを確認し，その平均値を試料体積 V_s とする．最後に，試験用セルを外して秤量し，空のセル質量との差より，最終試料質量 m を求め，次式により粉体の粒子密度 ρ を計算する．

$$\rho = m / V_s$$

ρ：粉体の粒子密度（g/cm^3）
m：最終試料質量（g）
V_s：試料体積（cm^3）

3.04　粒度測定法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

◆粒度測定法は，粉末状等の医薬品原薬，添加剤等の粒度特性を確認するために，外観，形状，大きさ及びその分布を直接又

は間接に測定する方法であり，測定の目的と試料の性状により，光学顕微鏡法又はふるい分け法を用いる．◆

第 1 法　光学顕微鏡法

◆光学顕微鏡法は，光学顕微鏡を用いて肉眼又は顕微鏡写真によって直接に個々の粒子の外観及び形状を観察し，その大きさを測定する方法である．また，これにより粒子径分布を求めることもできる．本法によれば，複数の異なる種類の固体粒子が混在する場合であっても，光学的に識別が可能であれば，それぞれの固体粒子の粒度測定が可能である．なお，粒子径分布を求める場合，画像解析等によるデータ処理も有用である．◆

粒子評価のための光学顕微鏡法は，一般には 1 μm より大きい粒子に適用できる．下限は顕微鏡の解像能による．上限はあまり明確ではなく，大粒子の粒子径を評価する際の困難さによって影響される．光学顕微鏡法の適用範囲外の粒子評価については，いくつかの別法が利用できる．光学顕微鏡法は非球形粒子を評価するのに特に有用である．本法は，より迅速かつ汎用的な方法の校正のための基礎的方法としても役立つ．

装　置

安定で防振対策がなされた顕微鏡を用いる．顕微鏡の総合倍率（対物レンズ倍率 × 接眼レンズ倍率 × その他の拡大部品の倍率）は，試料中の最も小さい粒子を適切に評価するのに十分な大きさでなければならない．対物レンズの最大開口数は，各々の倍率に合わせて決める．適切な分析機器や検板と組み合わせて，偏光フィルターを用いてもよい．比較的狭い分光透過特性を持つ色ガラスフィルターは，アクロマート対物レンズと共に用いるが，アポクロマートレンズと共に用いる方がより望ましく，顕微鏡写真における演色のために必要である．少なくとも球面収差を補正したコンデンサーを光源と共に顕微鏡のサブステージ内で用いるべきである．コンデンサーの開口数は，使用条件下で対物レンズの開口数と釣り合っていなければならない．すなわち，開口数はコンデンサーの絞りとイマージョンオイルがあるかどうかによって影響される．

調　整

光学系のすべての装置が正確に調整されていることと，焦点が適切に調節されていることが必要である．装置の焦点調節は，顕微鏡メーカーの説明どおりに行わねばならない．厳密な軸調整もしておいた方がよい．

照　明

良好な照明のための必要条件は，視野全体にわたって光の強度が均一で，かつ調節可能であることである．このためにはケーラー照明がよい．着色粒子については，粒子像のコントラストと像の細部を調整できるように，用いるフィルターの色を選択する．

目視による評価

倍率とレンズの開口数は，評価すべき粒子像を適切に確認するのに十分に大きくなければならない．接眼ミクロメーターを校正するために，あらかじめ校正された対物ミクロメーターを用いて実際の倍率を決定する．粒子像が接眼ミクロメーターで少なくとも 10 目盛はある，十分に高い倍率であれば，誤差を小さくすることができる．各々の対物ミクロメーターは個々に校正しておく．接眼スケールを校正するために，対物ミクロメーターのスケールと接眼スケールは平行にさせておかねばならない．このようにして，接眼用ステージの目盛間隔の長さを正確に測定することができる．

◆粒子径を測定する場合は，接眼ミクロメーターを接眼レンズの絞りの位置に入れた後，対物ミクロメーターをステージの中央に置き，固定する．接眼レンズを鏡筒に装着し，対物ミクロメーターの目盛に焦点を合わせる．次にこれら 2 つのミクロメーターの目盛の間隔を比較し，このレンズの組み合わせにおける接眼レンズの 1 目盛に相当する試料の大きさを次式により算出する．

接眼レンズ 1 目盛に相当する試料の大きさ（μm）
= 対物ミクロメーターの長さ（μm）/接眼ミクロメーターの目盛数

対物ミクロメーターを取り除き，試料をステージにのせ，焦点を合わせた後，読み取った接眼レンズの目盛数から，粒子径を測定する．◆

なお，粒子径分布幅が広い試料を評価するには，いくつかの異なった倍率が必要である．

写真による評価

写真法によって粒子径を測定する場合には，フィルム面で被写体の焦点が確実に合うように注意しなければならない．十分な感度，解像力及びコントラストを持つ写真フィルムを用いて，校正された対物ミクロメーターの写真を別に撮影することによって，実際の倍率を測定する．試料及び倍率測定のための撮影に当たっては，露光と現像・焼付処理は同じでなければならない．写真上の粒子のみかけの大きさは，顕微鏡の解像力と同様に，露光や現像，焼付によって影響を受ける．

試料の調製

固定剤は試料の物理的特性に応じて選択する．試料外縁の細部まで確実に確認できるように，試料と固定剤の間には過度にならない程度の十分なコントラストが必要である．粒子を平板上に置き，個々の粒子を識別するために適切に分散させる．更に，粒子は試料中の粒子径分布を代表していなければならず，マウントの調製中に変化してはならない．固定剤を選択する際には，試料の溶解性も考慮に入れておかねばならない．

結晶性の評価

試料の結晶性は，医薬品各条中に記載されている結晶性に関する条件に適合するかどうかを決定するために評価される．各条中で別に規定するもののほか，清浄なスライドガラスの上で数個の試料粒子を鉱物油中に固定する．偏光顕微鏡を用いて試料を観察する．試料が結晶性の場合には，顕微鏡のステージを回転すると粒子は複屈折（干渉色）と暗視野を示す．

顕微鏡法による粒子径の限界試験

適当量（例えば，粉体の場合 10 ～ 100 mg）の試料を量り，必要ならば分散剤を加えて試料が溶解しない適切な分散媒 10 mL に懸濁させる．粒子密度と近似又は一致した密度を持つ分散媒中に懸濁させ，適切にかき混ぜることによって粒子の均一な懸濁液を得る．均一な懸濁液の一部を適当な計数セルに入れ，粉体の場合，顕微鏡下で 10 μg 以上の試料に相当する面積を走査し，所定の限界粒子径より大きい最大長さを持つすべての粒子を数える．限界粒子径とこれを超える粒子の許容個数は，物質ごとに決められる．

粒子径の評価

粒子径の測定は粒子形状に依存して複雑に変化するので，評価される粒子個数は，測定された数値の信頼性を統計的に保証するのに十分な数でなければならない[1)]．不規則な形状の粒子

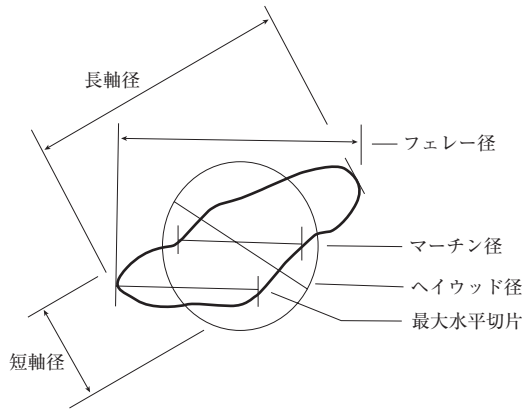


図 3.04－1　一般的に用いられる粒子径

の場合には，粒子径に関する多数の定義が存在する．一般に，不規則な形状の粒子については，粒子径を評価する際に粒子形状に関する情報と同様に，測定した粒子径の種類に関する情報も含めなければならない．汎用されているいくつかの粒子径測定では，以下のように定義されている（図 3.04－1）．

フェレー径（定方向接線径）：ランダムに配向した粒子に接し，接眼スケールに垂直な仮想的平行線間の長さ

マーチン径（定方向面積等分径）：ランダムに配向した粒子を 2 つの等しい投影面積に分割する点における粒子の長さ

ヘイウッド径（投影面積円相当径）：粒子と同じ投影面積を持つ円の直径

長軸径：接眼スケールに対して平行に配向した粒子の外縁からもう一方の外縁までの最大長さ

短軸径：長軸径に対して直角に測定した粒子の最大長さ

粒子形状の評価

不規則な形状の粒子については，粒子径の評価に粒子形状に関する情報も含めなければならない．試料の均一性は適切な倍率を用いてチェックすべきである．以下に示すものは，粒子形状に関して汎用されているいくつかの用語の定義である（図 3.04－2）．

針状：短軸径と厚みがほぼ等しく，細長い針状の粒子

柱状：針状粒子より大きい短軸径と厚みを持つ，長くて薄い粒子

薄板状：長軸径と短軸径がほぼ等しく，薄くて扁平な粒子

板状：長軸径と短軸径がほぼ等しいが，薄板状より大きい厚みを持つ扁平な粒子

葉片状：長くて薄く，葉片状の粒子

等方状：ほぼ同じ長軸径，短軸径及び厚みを持つ粒子．立方体状及び球状粒子が含まれる

一般的観察

1 個の粒子を，通常，最小個別単位とみなす．粒子は液体又は半固体状の液滴，単結晶又は多結晶，非晶質又は凝集体であってもよい．複数の粒子が凝集していてもよい．凝集の程度は次の用語によって表す．

層状：板状粒子が積み重なったもの

アグリゲイト：付着性粒子の塊

アグロメレイト：融解又は固結した粒子

コングロメレイト：2 種類以上の粒子の混合物

スフェルライト：放射状のクラスター

ドルージ：小粒子で覆われた粒子

粒子の状態は次の用語で表す．

角・縁：角がある，丸みがある，滑らか，鋭い，破砕状である

色・透明度：着色している（適切なカラーフィルターを用いた場合），透明な，半透明の，不透明な

粒子間の絡み合い：かみ合った，包み込んだ

表面特性は次の用語で表す．

ひび割れ：部分的に裂けている，砕けている，裂け目がある

平滑さ：不規則性，凹凸や突出部がない

多孔性：開孔部や通路を持つ

粗さ：凹凸がある，平坦でない，滑らかでない

凹み：小さいぎざぎざがある

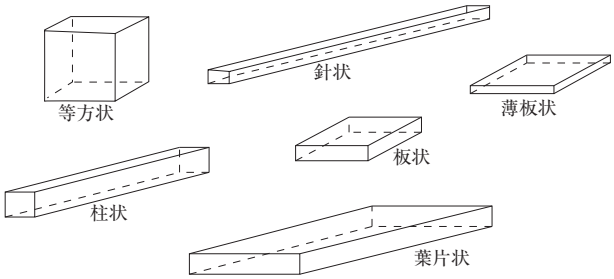


図 3.04－2　一般的に用いられる粒子形状の記述

第 2 法　ふるい分け法

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

本法は，粒子径分布による粉体や顆粒を対象とした分級法の一つである．織布ふるいを用いるときは，ふるい分けは基本的には粒子をそれらの中間的な粒子径寸法（例えば，幅）によって分級する．機械的ふるい分け法は，粒子の大多数が約 75 μm より大きい場合に最も適している．比較的小さい粒子については軽量であるので，ふるい分け中に粒子が互いに付着したり，ふるいに付着する結果，ふるいを通過するはずの粒子が残留することになり，付着力や凝集力のような粒子間力に打ち勝つには不十分である．このような物質に対しては，エアー・ジェット法又はソニック・シフター法のような振とう法がより適している．ふるい分け法は，測定法の妥当性が確認できれば、75 μm より小さい中位径を持つ粉体や顆粒についても用いることができる．ふるい分け法は，通常，比較的粗大な粉体や顆粒を分級するための方法である．本法は，粉体や顆粒が粒子径のみに基づいて分級される場合には特に適切な方法であり，ほとんどの場合，乾燥状態で行う．

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

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

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

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

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

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

試験用ふるい

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

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

表 3.04－1　関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法

ISO　公称ふるい番号			USP ふるい番号	推奨される USP ふるい (mesh)	EP ふるい番号	日本薬局方ふるい番号
主要寸法	補助寸法					
R 20/3	R 20	R 40/3				
11.20 mm	11.20 mm	11.20 mm			11200	
	10.00 mm					
		9.50 mm				
	9.00 mm					
8.00 mm	8.00 mm	8.00 mm				
	7.10 mm					
		6.70 mm				
	6.30 mm					
5.60 mm	5.60 mm	5.60 mm			5600	3.5
	5.00 mm					
		4.75 mm				4
	4.50 mm					
4.00 mm	4.00 mm	4.00 mm	5	4000	4000	4.7
	3.55 mm					
		3.35 mm	6			5.5
	3.15 mm					
2.80 mm	2.80 mm	2.80 mm	7	2800	2800	6.5
	2.50 mm					
		2.36 mm	8			7.5
	2.24 mm					
2.00 mm	2.00 mm	2.00 mm	10	2000	2000	8.6
	1.80 mm					
		1.70 mm	12			10
	1.60 mm					
1.40 mm	1.40 mm	1.40 mm	14	1400	1400	12
	1.25 mm					
		1.18 mm	16			14
	1.12 mm					

1.00 mm	1.00 mm	1.00 mm	18	1000	1000	16
	900 μm					
		850 μm	20			18
	800 μm					
710 μm	710 μm	710 μm	25	710	710	22
	630 μm					
		600 μm	30			26
	560 μm					
500 μm	500 μm	500 μm	35	500	500	30
	450 μm					
		425 μm	40			36
	400 μm					
355 μm	355 μm	355 μm	45	355	355	42
	315 μm					
		300 μm	50			50
	280 μm					
250 μm	250 μm	250 μm	60	250	250	60
	224 μm					
		212 μm	70			70
	200 μm					
180 μm	180 μm	180 μm	80	180	180	83
	160 μm					
		150 μm	100			100
	140 μm					
125 μm	125 μm	125 μm	120	125	125	119
	112 μm					
		106 μm	140			140
	100 μm					
90 μm	90 μm	90 μm	170	90	90	166
	80 μm					
		75 μm	200			200
	71 μm					
63 μm	63 μm	63 μm	230	63	63	235
	56 μm					
		53 μm	270			282
	50 μm					
45 μm	45 μm	45 μm	325	45	45	330
	40 μm					
		38 μm			38	391

目開きの表示には，μm 又は mm を用いる［注：メッシュ番号は表中で換算する場合のみに用いる］．試験用ふるいはステンレス網製であるが，真鍮製又は他の適切な不活性の網であってもよい．

試験用ふるいの校正は ISO 3310－1[2] に準じて行う．ふるいは使用前に著しい歪みや破断がないか，また，特に網面と枠の接合部についても注意深く検査しておく．網目の平均目開きや目開きの変動を評価する場合には、目視で検査してもよい．また，212 ～ 850 μm の範囲内にある試験用ふるいの有効目開きを評価する際には，標準ガラス球を代用してもよい．各条中で別に規定するもののほか，ふるいの校正は調整された室温と環境相対湿度下で行う．

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

測定用試料　特定の物質について各条中に試料の質量が規定されていない場合には，試料のかさ密度に応じて 25 ～ 100 g の試料を用い，直径 200 mm のふるいを用いる．直径 76 mm のふるいを用いる場合は，試料量は 200 mm ふるいの場合の約 1/7 とする．正確に量った種々の質量の試料（例えば，25，50，100 g）を同一時間ふるい振とう機にかけ，試験的にふるい分けることによって，この試料に対する最適質量を決定する（注：25 g の試料と 50 g の試料において同じような試験結果が得られ，100 g の試料が最も細かいふるいを通過したときの質量百分率が 25 g 及び 50 g の場合に比べて低ければ，100 g は多すぎる）．10 ～ 25 g の試料しか用いることができない場合には，同じふるいリスト（表 3.04－1）に適

合した直径のより小さい試験用ふるいを代用してもよいが，この場合には終点を決定し直さねばならない．場合によっては，更に小さい質量（例えば，5 g 未満）について測定する必要があるかも知れない．かさ密度が小さい試料，又は主として直径が極めて近似している粒子からなる試料については，ふるいの過剰な目詰まりを避けるために，200 mm ふるいでは試料の質量は 5 g 未満でなければならないこともある．特殊なふるい分け法の妥当性を確認する際には，ふるいの目詰まりの問題に注意しておく．

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

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

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

ふるい分け法

1）**機械的振とう法　乾式ふるい分け法**　各ふるいの風袋質量を 0.1 g まで量る．質量を正確に量った試料を最上段のふるいの上に置き，ふたをする．組ふるいを 5 分間振とうする．試料の損失がないように組ふるいから各段のふるいを注意深くはずす．◆ふるい網の下面に微粉が付着している場合には，必要であれば軟らかいブラシを用いて静かにふるいの下面から除去して，直下段のふるい上の試料に合わせる.◆ 各ふるいの質量を再度量り，ふるい上の試料質量を測定する．同様にして，受け皿内の試料質量も測定する．ふるいを再度組み合わせ，更に 5 分間振とうする．先に述べたように各ふるいをはずし，質量を量る．これらの操作を終点規格に適合するまで繰り返す（終点の決定の項を参照）．ふるい分けを終了した後，全損失量を計算する．全損失量は元の試料質量の 5 % 以下である．

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

いずれかのふるいの上に残留している粒子が単一粒子ではなく凝集体であり，機械的乾式ふるい分け法を用いても良好な再現性が期待できない場合には，他の粒子径測定法を用いる．

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

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

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

結果の解析

個々のふるい上及び受け皿中に残留している試料の質量に加えて，試験記録には全試料質量，全ふるい分け時間，正確なふるい分け法及び変数パラメータに関する値を記載しておかねばならない．試験結果は積算質量基準分布に変換すると便利である．また，分布を積算ふるい下質量基準で表示するのが望ましい場合には，用いたふるい範囲に全試料が通過するふるいを含めておく．いずれかの試験ふるいについて，ふるい分け中にふるい上に残留している試料の凝集体の生成が確認された場合は，ふるい分け法は意味がない．

[1] 粒子径測定，試料量及びデータ解析に関するその他の情報は，例えば，ISO 9276 において利用できる．

[2] International Organization for Standardization（ISO）Specification ISO 3310-1；Test sieves-Technical requirements and testing

4. 生物学的試験法／生化学的試験法／微生物学的試験法

4.01 エンドトキシン試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

エンドトキシン試験法は，カブトガニ（*Limulus polyphemus* 又は *Tachypleus tridentatus*）の血球抽出成分より調製されたライセート試薬を用いて，グラム陰性菌由来のエンドトキシンを検出又は定量する方法である．本法には，エンドトキシンの作用によるライセート試液のゲル形成を指標とするゲル化法及び光学的変化を指標とする光学的測定法がある．光学的測定法には，ライセート試液のゲル化過程における濁度変化を指標とする比濁法，及び合成基質の加水分解による発色を指標とする比色法がある．

エンドトキシン試験は，ゲル化法，比濁法又は比色法によって行う．ただし，その結果について疑義がある場合又は係争が生じた場合は，別に規定するもののほか，ゲル化法によって最終の判定を行う．

本法はエンドトキシンによる汚染を避けて行う．

器　具

試験に用いるすべてのガラス製及びその他の耐熱性器具は，有効とされている方法により乾熱処理を行う．通例，少なくとも 250 ℃ で 30 分間の乾熱処理を行う．また，マルチウエルプレート及びマイクロピペット用チップなどのプラスチック製品を用いる場合は，エンドトキシンが検出されないこと及びエンドトキシン試験に対する干渉作用のないことが確認されたものを用いる．

エンドトキシン標準原液の調製

◆エンドトキシン標準原液はエンドトキシン 10000 標準品又はエンドトキシン 100 標準品をエンドトキシン試験用水で溶解して調製する．◆ なお，エンドトキシン単位は EU で示し，1 EU は 1 エンドトキシン国際単位（IU）に等しい．

エンドトキシン標準溶液の調製

エンドトキシン標準溶液はエンドトキシン標準原液を十分に振り混ぜた後，エンドトキシン試験用水で希釈して調製する．エンドトキシン標準溶液は，エンドトキシンの容器への吸着を避けるため，できるだけ速やかに使用する．

試料溶液の調製

別に規定するもののほか，医薬品をエンドトキシン試験用水で溶解又は希釈し，試料溶液とする．◆医薬品容器の試験では，別に規定する方法に従い，試料溶液を調製する．◆ ライセート試液と試料溶液の混液の pH が用いるライセート試薬に規定される pH 範囲になるように，試料溶液の pH の調整を必要とする場合もある．通例，試料溶液の pH は，6.0 ～ 8.0 の範囲にあればよい．pH の調整に用いる試液又は溶液はエンドトキシン試験用水を用いて調製し，エンドトキシンが検出されない容器に保存する．

最大有効希釈倍数の求め方

最大有効希釈倍数とは，試料溶液中に存在する反応干渉因子の影響を希釈により回避できるとき，許容される試料溶液の最大の希釈倍数である．

最大有効希釈倍数は，次の式によって求める．

$$\text{最大有効希釈倍数} = \frac{\text{エンドトキシン規格値} \times \text{試料溶液の濃度}}{\lambda}$$

エンドトキシン規格値：注射剤のエンドトキシン規格値は，投与量に基づいて規定されており，K/M に等しい．ただし，K は発熱を誘起するといわれる体重 1 kg 当たりのエンドトキシンの量（EU/kg）であり，M は体重 1 kg 当たり 1 時間以内に投与する注射剤の最大量である．

試料溶液の濃度：試料溶液の濃度の単位は，エンドトキシン規格値が質量当たり（EU/mg）で規定されている場合は mg/mL，◆当量当たり（EU/mEq）で規定されている場合は mEq/mL，◆ 生物学的単位当たり（EU/単位）で規定されている場合は単位/mL，容量当たり（EU/mL）で規定されている場合は mL/mL である．

λ：ゲル化法の場合はライセート試薬の表示感度（EU/mL）であり，比濁法又は比色法の場合は検量線の最小エンドトキシン濃度（EU/mL）である．

ゲル化法

本法は，エンドトキシンの存在によるライセート試液の凝固反応に基づいて，エンドトキシンを検出又は定量する方法である．

本法の精度と有効性を保証するために，予備試験でライセート試薬の表示感度確認試験及び反応干渉因子試験を行う．

（1） 予備試験

（i） ライセート試薬の表示感度確認試験

ライセート試薬の表示感度とは，ライセート試薬に規定されている条件下でのライセート試液の凝固に必要な最小エンドトキシン濃度である．ライセート試薬は各ロットにつき，使用する前にその表示感度 λ を確認しなければならない．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

ライセート試薬の表示感度の確認は，次の方法により行う．

エンドトキシン標準原液をエンドトキシン試験用水で希釈し，2 λ，1 λ，0.5 λ 及び 0.25 λ の 4 種の濃度のエンドトキシン標準溶液を調製する．ライセート試薬をエンドトキシン試験用水又は適当な緩衝液で溶解し，ライセート試液とする．

ライセート試液及びそれと等しい量，通例，0.1 mL のエンドトキシン標準溶液を試験管にとり，混和する．単回試験用の凍結乾燥ライセート試薬を用いる場合は，その容器にエンドトキシン標準溶液を直接加え，ライセート試薬を溶解する．

これらの試験管又は容器を通例，37±1 ℃ に保ち，振動を避けて 60±2 分間静置した後，穏やかに約 180° 転倒し，内容物を観察する．流出しない堅固なゲルが形成されているとき，陽性とする．ゲルを形成しないか，又は形成したゲルが流出するとき，陰性とする．

調製した 4 種の濃度のエンドトキシン標準溶液を用いて，この 4 種の液を一組とした試験を 4 回行う．

各回の試験において，濃度 0.25 λ のエンドトキシン標準

溶液がすべて陰性を示さないとき，試験は無効である．試験が無効となったときは，試験条件を整備して再試験を行う．

各回の試験において，陽性を示す最小エンドトキシン濃度をエンドポイント濃度とし，次の式によって幾何平均エンドポイント濃度を求める．

幾何平均エンドポイント濃度 ＝ antilog（$\Sigma e/f$）

Σe：各回のエンドポイント濃度の対数 e の和
f：試験の回数

求めた幾何平均エンドポイント濃度が 0.5 ～ 2.0 λ の範囲にあるとき，ライセート試薬の表示感度は確認されたことになる．

（ii） 反応干渉因子試験

本試験は，試料溶液について，反応を促進又は阻害する因子の有無を調べる試験である．

表 4.01－1 に従い，試料溶液を用いて A 及び B 液を調製し，エンドトキシン試験用水を用いて C 及び D 液を調製する．これらの液につき，A 及び B 液は 4 回，C 及び D 液は 2 回試験する．反応温度，反応時間及びゲル化判定法は，（1）予備試験（i）ライセート試薬の表示感度確認試験を準用する．

B 液及び C 液の幾何平均エンドポイント濃度は，（1）予備試験（i）ライセート試薬の表示感度確認試験の計算式を準用して求める．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

表 4.01－1

液	エンドトキシン添加濃度/被添加液	希釈液	希釈倍数	希釈後の添加エンドトキシンの濃度	試験の回数
A	0/試料溶液	—	—	—	4
B	2 λ/試料溶液	試料溶液	1 2 4 8	2 λ 1 λ 0.5 λ 0.25 λ	4
C	2 λ/エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	2 λ 1 λ 0.5 λ 0.25 λ	2
D	0/エンドトキシン試験用水	—	—	—	2

A 及び D 液のすべてが陰性を示し，C 液の試験結果によりライセート試薬の表示感度が確認されたとき，反応干渉因子試験は有効とする．

B 液の試験において幾何平均エンドポイント濃度が 0.5 ～ 2.0 λ の範囲にあるとき，反応干渉因子は試料溶液に存在しないものと判定し，試料溶液は反応干渉因子試験に適合とする．幾何平均エンドポイント濃度がこの範囲にないとき試料溶液は反応干渉作用を有する．試料溶液に反応干渉作用が認められるとき，最大有効希釈倍数を超えない範囲で試料溶液を更に希釈し，試験を行う．なお，試料溶液から反応干渉作用を除くために，試料溶液又は希釈した試料溶液につき，ろ過，反応干渉因子の中和，透析又は加熱処理などを施すことができる．

（2） 限度試験法

本法は，試料溶液に規格値を超えるエンドトキシンが含まれるか否かを，ライセート試薬の表示感度を指標とし，ゲル化反応により判定する方法である．

（i） 操作法

表 4.01－2 に従い，A，B，C 及び D 液を調製し，これらの 4 種の液を一組として試験を 2 回行う．A 及び B 液の試料溶液は，（1）予備試験（ii）反応干渉因子試験に適合する溶液を用いる．

反応温度，反応時間及びゲル化判定は，（1）予備試験（i）ライセート試薬の表示感度確認試験を準用する．

表 4.01－2

液	エンドトキシン添加濃度/被添加液	試験の回数
A	0/試料溶液	2
B	2 λ/試料溶液	2
C	2 λ/エンドトキシン試験用水	2
D	0/エンドトキシン試験用水	2

（ii） 判定

B 及び C 液の 2 回の試験結果がいずれも陽性で，D 液の 2 回の試験結果がいずれも陰性のとき，試験は有効とする．

A 液の 2 回の試験結果がいずれも陰性のとき，被検試料はエンドトキシン規格に適合とし，いずれも陽性のとき，不適とする．

A 液の 2 回の試験結果において，1 回が陰性で他の 1 回が陽性のとき，この 2 回の試験を繰り返し行う．その 2 回の試験結果がいずれも陰性のとき，被検試料はエンドトキシン規格に適合とする．両方若しくは一方が陽性の場合は不適とする．

ただし，陽性の結果が得られたいずれの場合でも，試料溶液の希釈倍数が最大有効希釈倍数未満の場合，最大有効希釈倍数あるいはそれを超えない希釈倍数で試験をやり直すことができる．

（3） 定量試験法

本法は，試料溶液中のエンドトキシン濃度をゲル化反応のエンドポイントを求めることによって測定する方法である．

（i） 操作法

表 4.01－3 に従い，A，B，C 及び D 液を調製する．これらの 4 種の液を一組として試験を 2 回行う．A 及び B 液の試料溶液は，（1）予備試験（ii）反応干渉因子試験に適合する溶液を用いる．

試験の操作条件は（1）予備試験（i）ライセート試薬の表示感度確認試験を準用する．

（ii） エンドトキシン濃度の算出及び判定

2 回の試験でいずれも，D 液は陰性を，B 液は陽性を示し，C 液の幾何平均エンドポイント濃度が 0.5 ～ 2.0 λ の範囲にあるとき，試験は有効とする．

A 液の希釈系列において，陽性を示す最大の希釈倍数をエンドポイントとし，λ にエンドポイントにおける希釈倍数を乗じて得た値を A 液のエンドトキシン濃度とする．

表 4.01－3

液	エンドトキシン添加濃度/被添加液	希釈液	希釈倍数*	希釈後の添加エンドトキシンの濃度	試験の回数
A	0/試料溶液	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	— — — —	2
B	2 λ/試料溶液	—	1	2 λ	2
C	2 λ/エンドトキシン試験用水	エンドトキシン試験用水	1 2 4 8	2 λ 1 λ 0.5 λ 0.25 λ	2
D	0/エンドトキシン試験用水	—	—	—	2

* A 液の段階希釈は，最大有効希釈倍数を超えない範囲で適宜変更してよい．

A 液の 2 回の試験結果より，幾何平均エンドトキシン濃度を求める．幾何平均エンドトキシン濃度は，（1）予備試験（i）ライセート試薬の表示感度確認試験の計算式を準用して求める．

A 液の希釈系列の中に陽性を示すものがないとき，A 液のエンドトキシン濃度は λ に A 液の最小希釈倍数を乗じた値未満とする．

A 液の希釈系列のすべてが陽性のとき，A 液のエンドトキシン濃度は，λ に A 液の最大希釈倍数を乗じた値以上とする．

A 液の平均エンドトキシン濃度から，被検試料のエンドトキシンの濃度（EU/mL，EU/mg，EU/mEq 又は EU/単位）を算出する．

被検試料のエンドトキシンの濃度（EU/mL，EU/mg，EU/mEq 又は EU/単位）が，医薬品各条に規定されたエンドトキシン規格を満たすとき，被検試料はエンドトキシン試験に適合する．

光学的測定法

（1） 比濁法

本法は，ライセート試液のゲル化に伴う濁度の変化を測定することにより，試料溶液のエンドトキシン濃度を測定する方法である。エンドポイント－比濁法とカイネティック－比濁法がある．

エンドポイント－比濁法は，エンドトキシン濃度と一定反応時間後における反応液の濁度との間の用量反応関係に基づく方法である．

カイネティック－比濁法は，エンドトキシン濃度と反応液があらかじめ設定された濁度に達するのに要した時間又は濁度の経時変化率との間の用量反応関係に基づく方法である．

試験は，通例，37±1℃ で行い，濁度は吸光度又は透過率で示される．

（2） 比色法

本法は，エンドトキシンのライセート試液との反応により，発色合成基質から遊離される発色基の量を吸光度又は透過率で測定することにより，エンドトキシンを定量する方法である．エンドポイント－比色法とカイネティック－比色法がある．

エンドポイント－比色法は，エンドトキシン濃度と一定反応時間後における発色基の遊離量との間の用量反応関係に基づく方法である．

カイネティック－比色法は，エンドトキシン濃度と反応液があらかじめ設定された吸光度又は透過率に達するのに要する時間又は発色の経時変化率との間の用量反応関係に基づく方法である．

試験は，通例，37±1℃ で行う．

（3） 予備試験

比濁法又は比色法の精度と有効性を保証するために，検量線の信頼性確認試験及び反応干渉因子試験を行う．

（i） 検量線の信頼性確認試験

◆本試験は，ライセート試薬の各ロットにつき行う．◆

用いるライセート試薬に規定されているエンドトキシンの濃度範囲で，少なくとも 3 種の濃度のエンドトキシン標準溶液を調製し，これらの各濃度の溶液につき，3 回以上測定して検量線を作成する．エンドトキシン標準溶液とライセート試液の容量比，反応時間，反応温度，pH などの操作条件は用いるライセート試薬の至適条件に従う．

検量線の濃度範囲を 2 桁より大きくするとき，1 桁大きくするごとに用いるエンドトキシン標準溶液の濃度を 1 濃度ずつ追加する．

作成した検量線の相関係数 r を求めるとき，その絶対値 $|r|$ が 0.980 以上であることを確認する．

検量線の信頼性が確認されなかったときは，試験条件を整備して再試験を行う．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

（ii） 反応干渉因子試験

表 4.01－4 に従い，A，B，C 及び D 液を調製して，試験を行う．ライセート試液の採取量，ライセート試液に対する試料溶液の容量比，反応時間などの操作条件は，用いるライセート試薬の至適条件に従う．

本試験は，試験結果に影響を及ぼす可能性が予想される試験条件の変更があるときにも行う．

◆本試験は次の条件に適合しないとき，無効である．

1．C 液で作成した検量線の相関係数の絶対値は 0.980 以上である．

表 4.01－4

液	エンドトキシン添加濃度	被添加液	試験管又はウエルの数
A	0	試料溶液※1	2 以上
B	検量線の中点濃度※2	試料溶液※1	2 以上
C	3 濃度以上※3	エンドトキシン試験用水	各濃度，2 以上
D	0	エンドトキシン試験用水	2 以上

※1 最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈した試料溶液を用いてもよい．

※2 検量線の中点又は中点付近のエンドトキシン濃度になるように，エンドトキシン標準溶液を添加する．

※3 （3）予備試験（i）検量線の信頼性確認試験で用いた濃度．

2．D 液の測定結果は，ライセート試薬に設定されている空試験の限度値を超えないか，又はエンドトキシンの検出限界未満である．◆

B 液で測定されたエンドトキシン濃度と A 液で測定されたエンドトキシン濃度の差に基づいて，B 液の添加エンドトキシン濃度に対するエンドトキシンの回収率を計算する．添加エンドトキシンの回収率が 50 ～ 200 % の範囲にあるとき，反応干渉因子は試料溶液に存在しないと判定する．◆エンドトキシンの回収率が規定の範囲にないとき，試料溶液は反応干渉作用を有する．試料溶液に反応干渉作用が認められるとき，最大有効希釈倍数を超えない範囲で試料溶液を更に希釈し，試験を行う．なお，試料溶液又は最大有効希釈倍数を超えない範囲で希釈した試料溶液から反応干渉因子を除くために，ろ過，反応干渉因子の中和，透析又は加熱処理などを施すことができる．◆

（4） 定量

（i） 操作法

表 4.01－4 に示す A，B，C 及び D 液を調製し，（3）予備試験（ii）反応干渉因子試験を準用して操作する．

（ii） エンドトキシン濃度の算出

C 液で作成した検量線を用い，A 液のエンドトキシン濃度を算出する．

ただし，次のすべての条件に適合しないとき，試験は無効である．

1．C 液で作成した検量線の相関係数の絶対値は 0.980 以上である．

2．B 液で測定されたエンドトキシン濃度と A 液で測定されたエンドトキシン濃度の差に基づいて，B 液の添加エンドトキシン濃度に対するエンドトキシンの回収率を計算するとき，その回収率は 50 ～ 200 % の範囲にある．

3．D 液の結果が，ライセート試薬に設定されている空試験の限度値を超えないか，◆又はエンドトキシンの検出限界未満である．◆

（iii） 判定

A 液のエンドトキシン濃度に基づき，被検試料のエンドトキシンの濃度（EU/mL，EU/mg，EU/mEq 又は EU/単位）を求め，その値が医薬品各条に規定されたエンドトキシン規格を満たすとき，被検試料はエンドトキシン試験に適合する．

4.02　抗生物質の微生物学的力価試験法

抗生物質の微生物学的力価試験法は抗生物質医薬品の力価を抗生物質の抗菌活性に基づいて測定する方法である．本法には，試験菌の発育阻止円の大きさを指標とする円筒平板法及び穿孔平板法，並びに試験菌液の濁度の変化を指標とする比濁法がある．別に規定するもののほか，円筒平板法により規定される試験については，同じ試験条件により穿孔平板法で実施することができる．本法で使用する水，生理食塩液，緩衝液，試薬・試液及び計器・器具は，必要に応じて滅菌したものを用いる．また，本試験を行うに当たっては，バイオハザード防止に十分に留意する．

Ⅰ．円筒平板法

本法は円筒カンテン平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標として，抗菌活性を測定する方法である．

1．試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる．

2．培地

別に規定するもののほか，次の組成の培地を用いる．ただし，培地の成分として単にペプトンと記載してある場合は，肉製ペプトン又はカゼイン製ペプトンのいずれを用いてもよい．培地の pH は水酸化ナトリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を用いて調整し，滅菌後の pH が規定の値になるようにする．ただし，*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる試験の培地の pH は，アンモニア試液，水酸化カリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を用いて調整する．なお，規定の培地と類似の成分を有し，同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる．別に規定するもののほか，滅菌は高圧蒸気法で行う．

（1） 基層用及び種層用カンテン培地

1）試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 の場合

i	ペプトン	5.0 g
	肉エキス	3.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

ii	ペプトン	5.0 g
	肉エキス	3.0 g
	クエン酸三ナトリウム二水和物	10.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

2）試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 の場合

ブドウ糖	10.0 g
ペプトン	9.4 g
肉エキス	2.4 g
酵母エキス	4.7 g
塩化ナトリウム	10.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.0 ～ 6.2 とする．

3）その他の試験菌の場合

i	ブドウ糖	1.0 g
	ペプトン	6.0 g
	肉エキス	1.5 g
	酵母エキス	3.0 g
	カンテン	15.0 g
	水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

ii	ブドウ糖	1.0 g
	肉製ペプトン	6.0 g
	カゼイン製ペプトン	4.0 g

肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

iii ペプトン 10.0 g
肉エキス 5.0 g
塩化ナトリウム 2.5 g
カンテン 15.0 g
水 1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（2） 試験菌移植用カンテン培地

1）試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 の場合

ブドウ糖	15.0 g
ペプトン	5.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.0 ～ 6.2 とする．

2）その他の試験菌の場合

i ブドウ糖 1.0 g
肉製ペプトン 6.0 g
カゼイン製ペプトン 4.0 g
肉エキス 1.5 g
酵母エキス 3.0 g
カンテン 15.0 g
水 1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

ii ペプトン 10.0 g
肉エキス 5.0 g
塩化ナトリウム 2.5 g
カンテン 15.0 g
水 1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

3．斜面又は平板培地の調製

別に規定するもののほか，斜面培地はカンテン培地約 9 mL を内径約 16 mm の試験管に分注して斜面とし，また平板培地はカンテン培地約 20 mL を内径約 90 mm のペトリ皿に分注して平板とする．

4．試験芽胞液及び試験菌液の調製

別に規定するもののほか，次の方法で調製する．なお，試験菌の性状等の確認は必要に応じて実施する．

（1） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 の試験芽胞液の調製

試験菌を試験菌移植用カンテン培地 2）の i より製した斜面又は平板培地に接種し，32 ～ 37 ℃ で 16 ～ 24 時間培養する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地 2）の ii より製した適当な容量の斜面又は平板培地に接種し，32 ～ 37 ℃ で 1 週間以上培養して芽胞を形成させる．この芽胞形成菌を生理食塩液に懸濁させ，65 ℃ で 30 分間加熱した後，遠心分離により芽胞を集める．得られた芽胞を，生理食塩液を用いて遠心分離により 3 回洗浄した後，水又は生理食塩液に懸濁し，再び 65 ℃ で 30 分間加熱して，試験芽胞液とする．試験芽胞液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．試験芽胞液は 5 ℃ 以下に保存し，6 箇月以内に使用する．なお，試験芽胞液は適当な抗生物質を用いた力価試験で明瞭でかつ適当な大きさの阻止円が形成された場合，更に 6 箇月間使用することができる．

（2） 試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 の試験菌液の調製

試験菌を試験菌移植用カンテン培地 1）より製した斜面又は平板培地に接種し，25 ～ 26 ℃ で 40 ～ 48 時間，少なくとも 3 回継代培養する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地 1）より製した斜面又は平板培地に接種し，25 ～ 26 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この生育した菌をかきとって生理食塩液に懸濁させて試験菌液とする．試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．

（3） その他の試験菌の試験菌液の調製

試験菌を試験菌移植用カンテン培地 2）の i より製した斜面又は平板培地に接種し，32 ～ 37 ℃ で 16 ～ 24 時間，少なくとも 3 回継代培養する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地 2）の i より製した斜面又は平板培地に接種し，32 ～ 37 ℃ で 16 ～ 24 時間培養する．この生育した菌をかきとって生理食塩液に懸濁させて試験菌液とする．試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，5 日以内に使用する．

5．基層カンテン平板の調製

別に規定するもののほか，ペトリ皿の場合は基層用カンテン培地約 20 mL を，大型皿の場合は培地の厚さが 2 ～ 3 mm となるように基層用カンテン培地を入れ，カンテンが水平になるように広げて基層カンテン平板とする．

6．種層カンテン培地の調製

別に規定するもののほか，48 ～ 51 ℃ に保った種層用カンテン培地に，標準溶液により明瞭でかつ適当な大きさの阻止円を形成する量の試験芽胞液又は試験菌液を加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．通例，種層用カンテン培地に加える芽胞液及び菌液の割合は，それぞれ 0.1 ～ 1.0 vol% 及び 0.5 ～ 2.0 vol% とする．

7．円筒カンテン平板の調製

基層カンテン平板の上に医薬品各条に規定された種層カンテン培地をペトリ皿には 4 ～ 6 mL，大型皿にはその厚さが 1.5 ～ 2.5 mm になるように分注し，表面に一様に広げてペトリ皿カンテン平板又は大型皿カンテン平板とする．平板はカンテンの凝固後，清浄な環境下で放置し，ペトリ皿又は大型皿内の水蒸気，カンテン表面の水を発散させる．ペトリ皿カンテン平板上の半径約 25 ～ 28 mm の円周上に，等間隔になるように 4 個の円筒を置き，ペトリ皿円筒カンテン平板とする．大型皿カンテン平板にはペトリ皿カンテン平板に準ずる位置に円筒をおき，4 個の円筒一組でペトリ皿 1 枚分とし，大型皿円筒カンテン平板とする．円筒は，外径 7.9 ～ 8.1 mm，内

径 5.9 ～ 6.1 mm，高さ 9.9 ～ 10.1 mm のステンレス製のもので，試験に支障をきたさないものを用いる．円筒カンテン平板は用時製する．

8．標準溶液

医薬品各条に規定する高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を用いる．標準溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

9．試料溶液

医薬品各条に規定する高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を用いる．試料溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

10．操作法

別に規定するもののほか，通例，ペトリ皿円筒カンテン平板 5 枚（大型皿円筒カンテン平板の場合はこれに準ずる数）を一組として用いる．各円筒カンテン平板の相対する円筒に高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を等量ずつ入れる．また他の相対する円筒に高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を等量ずつ入れる．なお，それぞれの標準溶液及び試料溶液はすべて等量ずつ入れる．各円筒カンテン平板を 32 ～ 37 ℃ で 16 ～ 20 時間培養し，形成された阻止円の直径を，適当な用具を用いて，少なくとも 0.25 mm の差が確認できる精度で測定する．各操作は清浄な環境下で迅速に行う．

11．力価の計算法

円筒内の溶液の力価（P）と阻止円の直径（d）との間には次の関係が成立する．必要に応じ，この関係式が成立することを確認する．

$$d = \alpha \log P + \beta$$

ただし，α 及び β は定数である．

この関係式に基づき，採取した試料中の力価を次式により求める．

採取した試料中の力価

$= A \times$ 高濃度標準溶液 1 mL 中の力価
$\times$ 高濃度試料溶液の希釈倍率

$$\log A = \frac{IV}{W}$$

I = log（S_H の力価/S_L の力価）

$V = \Sigma U_H + \Sigma U_L - \Sigma S_H - \Sigma S_L$

$W = \Sigma U_H + \Sigma S_H - \Sigma U_L - \Sigma S_L$

ただし，ΣS_H，ΣS_L，ΣU_H 及び ΣU_L はそれぞれ S_H（高濃度標準溶液），S_L（低濃度標準溶液），U_H（高濃度試料溶液）及び U_L（低濃度試料溶液）の各阻止円の直径（mm）の和である．

Ⅱ．穿孔平板法

本法は，穿孔カンテン平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標として，抗菌活性を測定する方法である．

本法は円筒平板法における円筒カンテン平板の代わりに穿孔カンテン平板を用いる方法であり，次の条件で行う．ただし，試験菌，培地，斜面又は平板培地の調製，試験芽胞液及び試験菌液の調製，基層カンテン平板の調製，種層カンテン培地の調製，標準溶液，試料溶液及び力価の計算法は円筒平板法を準用する．

1．穿孔カンテン平板の調製

基層カンテン平板の上に医薬品各条に規定された種層カンテン培地をペトリ皿には 4 ～ 6 mL，大型皿にはその厚さが 1.5 ～ 2.5 mm になるように分注し，表面に一様に広げてペトリ皿カンテン平板又は大型皿カンテン平板とする．カンテンの凝固後，清浄な環境下で放置し，ペトリ皿又は大型皿内の水蒸気，カンテン表面の水を発散させる．ペトリ皿カンテン平板上の半径約 25 ～ 28 mm の円周上に，等間隔になるように，皿の底面に達する直径 7.9 ～ 8.1 mm の円形の孔を，適当な用具を用いて 4 個あけ，ペトリ皿穿孔カンテン平板とする．大型皿カンテン平板にはペトリ皿カンテン平板に準ずる位置に孔をあけ，4 孔一組でペトリ皿 1 枚分とし，大型皿穿孔カンテン平板とする．穿孔カンテン平板は用時製する．

2．操作法

別に規定するもののほか，通例，ペトリ皿穿孔カンテン平板 5 枚（大型皿穿孔カンテン平板の場合はこれに準ずる数）を一組として用いる．各穿孔カンテン平板の相対する孔に高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液を等量ずつ入れる．また他の相対する孔に高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液を等量ずつ入れる．なお，それぞれの標準溶液及び試料溶液はすべて等量ずつ入れる．各穿孔カンテン平板を 32 ～ 37 ℃ で 16 ～ 20 時間培養し，形成された阻止円の直径を適当な用具を用いて，少なくとも 0.25 mm の差が確認できる精度で測定する．各操作は清浄な環境下で迅速に行う．

Ⅲ．比濁法

本法は，試験菌の発育阻止に伴う濁度の光学的な変化を指標として，抗菌活性を測定する方法である．

1．試験菌

医薬品各条に規定する試験菌を用いる．

2．培地

別に規定するもののほか，次の組成の培地を用いる．ただし，培地の成分として単にペプトンと記載してある場合は，肉製ペプトン又はカゼイン製ペプトンのいずれかを用いてもよい．培地の pH は水酸化ナトリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を用いて調整し，滅菌後の pH が規定の値になるようにする．なお，規定の培地と類似の成分を有し，同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる．別に規定するもののほか，滅菌は高圧蒸気法で行う．

（1）　試験菌移植用カンテン培地

ブドウ糖	1.0 g
ペプトン	6.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（2）　試験菌懸濁用液状培地

ブドウ糖	1.0 g
ペプトン	5.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	1.5 g
塩化ナトリウム	3.5 g
リン酸二水素カリウム	1.32 g

無水リン酸水素二ナトリウム	3.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 7.0 ～ 7.1 とする．なお，無水リン酸水素二ナトリウム 3.0 g の代わりにリン酸水素二カリウム 3.68 g を用いることができる．

3．斜面又は平板培地の調製

別に規定するもののほか，円筒平板法の斜面又は平板培地の調製を準用する．

4．試験菌液の調製

別に規定するもののほか，試験菌を試験菌移植用カンテン培地より製した斜面又は平板培地に接種し，32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間，少なくとも 3 回継代培養する．なお，試験菌の性状等の確認は必要に応じて実施する．生育した菌を試験菌移植用カンテン培地より製した斜面又は平板培地に接種し，32 ～ 37℃ で 16 ～ 24 時間培養する．この生育した菌をかきとって試験菌懸濁用液状培地に懸濁させて試験菌液とする．試験菌液の濃度は必要に応じて濁度あるいは吸光度を測定して確認する．

5．標準溶液

医薬品各条で規定する標準溶液を用いる．標準溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

6．試料溶液

医薬品各条で規定する試料溶液を用いる．試料溶液は，別に規定するもののほか，用時製する．

7．操作法

別に規定するもののほか，次のように行う．各標準溶液，試料溶液及び対照溶液として水 1.0 mL ずつをとり，それぞれ内径約 14 mm，長さ約 13 cm の試験管 3 本ずつに入れる．各試験管に試験菌液 9.0 mL ずつを加え，35 ～ 37℃ で 3 ～ 4 時間培養する．培養後，ホルムアルデヒド液溶液（1 → 3）0.5 mL ずつを各試験管に加え，波長 530 nm における透過率又は吸光度を測定する．

8．力価の計算法

各標準溶液，試料溶液及び対照溶液の平均透過率又は平均吸光度を求める．各標準溶液から得た平均透過率又は平均吸光度より検量線を作成し，この検量線を用いて，試料溶液の平均透過率又は平均吸光度より試料溶液の力価を求める．

なお，等比的 5 段階濃度の標準溶液を用いる場合は，次の式によって L 値及び H 値を求め，この 2 点を結ぶ直線を検量線とすることができる．

$$L = \frac{3a + 2b + c - e}{5} \qquad H = \frac{3e + 2d + c - a}{5}$$

L：標準曲線の最低濃度における透過率又は吸光度の計算値
H：標準曲線の最高濃度における透過率又は吸光度の計算値
a，b，c，d 及び e：各標準溶液の平均透過率又は平均吸光度．ただし，最低濃度標準溶液の平均値を a とし，次いで等比的に濃度の高い標準溶液の平均値を b，c，d とし，最高濃度標準溶液の平均値を e とする．

4.03 消化力試験法

消化力試験法は，消化酵素剤の原体及び製剤のでんぷん消化力，たん白消化力及び脂肪消化力を測定する方法である．

（1） でんぷん消化力試験法

でんぷん消化力の測定は，次のでんぷん糖化力測定法，でんぷん糊精化力測定法又はでんぷん液化力測定法により行う．

（i） でんぷん糖化力測定法

でんぷん糖化力は，でんぷんにアミラーゼが作用するとき，グルコシド結合の切断に伴って増加する還元力を測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1 分間に 1 mg のブドウ糖に相当する還元力の増加をもたらす酵素量を 1 でんぷん糖化力単位とする．

試料溶液の調製

操作法により試験するとき，還元力の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，0.4 ～ 0.8 でんぷん糖化力単位/mL である．必要ならばろ過する．

基質溶液の調製

でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．ただし，必要ならば pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL の代わりに医薬品各条で規定する緩衝液又は塩類溶液 10 mL を加える．

操 作 法

基質溶液 10 mL を正確に量り，37±0.5℃ で 10 分間加温した後，試料溶液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 37±0.5℃ で正確に 10 分間放置した後，でんぷん消化力試験用フェーリング試液のアルカリ性酒石酸塩液 2 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．次に，でんぷん消化力試験用フェーリング試液の銅液 2 mL を正確に加え，軽く振り混ぜた後，水浴中で正確に 15 分間加熱し，直ちに 25℃ 以下に冷却する．次に，濃ヨウ化カリウム試液 2 mL 及び薄めた硫酸（1 → 6）2 mL を正確に加え，遊離したヨウ素を 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（a mL）．ただし，滴定の終点は，滴定が終点近くなったとき，溶性デンプン試液 1 ～ 2 滴を加え，生じた青色が脱色するときとする．別に，基質溶液の代わりに水 10 mL を正確に量り，同様に操作して滴定〈*2.50*〉する（b mL）．

$$\text{でんぷん糖化力（単位/g）} = \text{ブドウ糖の量（mg）} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

$$\text{ブドウ糖の量（mg）} = (b - a) \times 1.6$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量（g）

（ii） でんぷん糊精化力測定法

でんぷん糊精化力は，でんぷんにアミラーゼが作用するとき，でんぷんの直鎖成分（アミロース）の低分子化に伴うでんぷんのヨウ素による呈色の減少を測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1 分間にバレイショデンプンのヨウ素による呈色を 10 % 減少させる酵素量を 1 でんぷん糊精化力単位とする．

試料溶液の調製

操作法により試験するとき，でんぷんのヨウ素による呈色の減少が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，0.2 ～ 0.5 でんぷん糊精化力単位/mL である．必要ならばろ過する．

基質溶液の調製

でんぷん糖化力測定法に準じて調製する．

操 作 法

基質溶液 10 mL を正確に量り，37±0.5 ℃ で 10 分間加温した後，試料溶液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 37±0.5 ℃ で正確に 10 分間放置した後，この液 1 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に加え，直ちに振り混ぜる．次に，この液 0.5 mL を正確に量り，0.0002 mol/L ヨウ素試液 10 mL を正確に加え，振り混ぜた後，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する．別に，試料溶液の代わりに水 1 mL を正確に加えて同様に操作し，吸光度 A_B を測定する．

$$\text{でんぷん糊精化力（単位/g）} = \frac{A_B - A_T}{A_B} \times \frac{1}{W}$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量（g）

（iii） でんぷん液化力測定法

でんぷん液化力は，でんぷんにアミラーゼが作用するとき，でんぷんの低分子化に伴う粘度の低下を測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1 分間にバレイショデンプン 1 g に相当する基質溶液の粘度を 50 % ショ糖標準液の粘度の 2 倍から 1 倍に減少させる酵素量を 1 でんぷん液化力単位とする．

試料溶液の調製

操作法により試験するとき，粘度の低下が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，0.15 ～ 0.25 でんぷん液化力単位/mL である．

基質溶液の調製

あらかじめ，バレイショデンプン約 1 g を精密に量り，105 ℃ で 2 時間乾燥し，その減量を測定する．その換算した乾燥物 15.00 g に対応するバレイショデンプンを正確に量り，水 300 mL を加え，よく振り混ぜながら，徐々に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えてのり状とし，時々振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱する．冷後，2 mol/L 塩酸試液で正確に中和し，医薬品各条に規定する緩衝液 50 mL 及び水を加えて正確に 500 g とする．用時製する．

50 % ショ糖標準液の調製

白糖 50.0 g を水 50.0 mL に溶かす．

操 作 法

50 % ショ糖標準液 50 mL を 100 mL の三角フラスコに入れ，37±0.5 ℃ の恒温槽中に 15 分間放置した後，図 4.03－1 に示す粘度計をその下端がフラスコ底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け，恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる．50 % ショ糖標準液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後，重力により流下させ，上下の標線間の流下時間（t_1 秒）を測定する．次に，基質溶液 50 g を 100 mL の三角フラスコに正確に量りとり，37±0.5 ℃ の恒温槽中に 20 分間放置した後，試料溶液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜ，粘度計をその下端がフラスコの底にほとんど触れる程度に垂直に取り付け，恒温槽の水を粘度計の外筒に循環させる．時々，反応液を粘度計の上の球の中ほどまで静かに吸い上げた後，重力により流下させ，上下の標線間の流下時間（t 秒）を測定し，t が t_1 より短くなるまで繰り返す．測定のつど，試料溶液を加えたときから液面が上の標線を通過するときまでの時間（T' 秒）を記録する．（$T' + t/2$）を t に対応する反応時間（T）とし，t と T の曲線を描き，内挿により t_1 及び（2 × t_1）に対応する T_1 及び T_2 を求める．

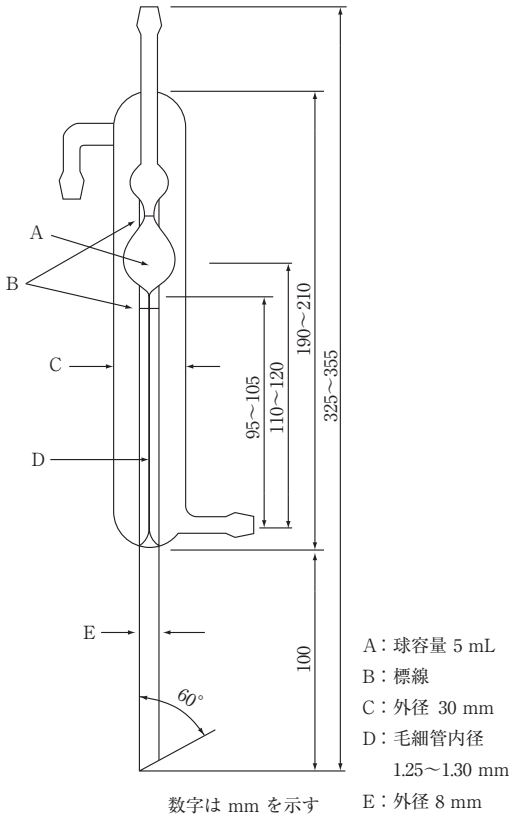


図 4.03－1

$$\text{でんぷん液化力（単位/g）} = \frac{60}{T_1 - T_2} \times \frac{1.5}{W}$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量（g）

（2）たん白消化力試験法

たん白消化力は，カゼインにプロテアーゼが作用するとき，ペプチド結合の切断に伴って増加する酸可溶性低分子分解産物の量をフォリン反応で比色測定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1 分間にチロジン 1 μg に相当するフォリン試液呈色物質の増加をもたらす酵素量を 1 たん白消化力単位とする．

試料溶液の調製

操作法により試験するとき，非たん白性のフォリン試液呈色物質の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるよう

に，試料に適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，試料溶液とする．その濃度は，通例，15 ～ 30 たん白消化力単位/mL である．

チロジン検量線

チロジン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その 50 mg を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL，2 mL，3 mL 及び 4 mL を正確に量り，それぞれに 0.2 mol/L 塩酸試液を加え，正確に 100 mL とする．それぞれの液 2 mL を正確に量り，0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び薄めたフォリン試液（1 → 3）1 mL をそれぞれ正確に加え，直ちに振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置した後，これらの液につき，0.2 mol/L 塩酸試液 2 mL を正確に量り，同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 660 nm における吸光度 A_1，A_2，A_3 及び A_4 を測定する．縦軸に吸光度 A_1，A_2，A_3 及び A_4 を，横軸にそれぞれの液 2 mL 中のチロジン量（μg）をとり，検量線を作成する．吸光度差 1 に対するチロジン量（μg）を求める．

基質溶液の調製

基質溶液 1：カゼイン（乳製）約 1 g を精密に量り，105 ℃ で 2 時間乾燥し，その減量を測定する．その換算した乾燥物 1.20 g に対応するカゼイン（乳製）を正確に量り，乳酸試液 12 mL 及び水 150 mL を加え，水浴中で加温して溶かす．流水で冷却した後，1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定した pH に調整し，水を加えて正確に 200 mL とする．用時製する．

基質溶液 2：カゼイン（乳製）約 1 g を精密に量り，105 ℃ で 2 時間乾燥し，その減量を測定する．その換算した乾燥物 1.20 g に対応するカゼイン（乳製）を正確に量り，0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 160 mL を加え，水浴中で加温して溶かす．流水で冷却した後，1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で医薬品各条に規定した pH に調整し，水を加えて正確に 200 mL とする．用時製する．

沈殿試液の調製

トリクロロ酢酸試液 A：トリクロロ酢酸 7.20 g を水に溶かし，100 mL とする．

トリクロロ酢酸試液 B：トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．

操 作 法

医薬品各条に規定する基質溶液 5 mL を正確に量り，37 ± 0.5 ℃ で 10 分間加温した後，試料溶液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 37 ± 0.5 ℃ で正確に 10 分間放置した後，医薬品各条の規定に従い，トリクロロ酢酸試液 A 又は B 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，再び 37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置し，ろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び薄めたフォリン試液（1 → 3）1 mL をそれぞれ正確に加え，よく振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置する．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する．別に，試料溶液 1 mL を正確に量り，医薬品各条の規定に従い，トリクロロ酢酸試液 A 又は B 5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，医薬品各条に規定する基質溶液 5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置し，以下同様に操作し，吸光度 A_B を測定する．

たん白消化力（単位/g）

$$= (A_T - A_B) \times F \times \frac{11}{2} \times \frac{1}{10} \times \frac{1}{W}$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量（g）

F：チロジン検量線より求めた吸光度差が 1 のときのチロジン量（μg）

（3） 脂肪消化力試験法

脂肪消化力は，オリブ油にリパーゼが作用するとき，エステル結合の切断に伴って生成する脂肪酸の量を滴定して求める．その単位は，操作法の条件で試験するとき，1 分間に 1 マイクロモル（μmol）の脂肪酸の増加をもたらす酵素量を 1 脂肪消化力単位とする．

試料溶液の調製

操作法により試験するとき，脂肪酸量の増加が試料濃度に比例する範囲内の試料濃度になるように，試料に冷やした適量の水又は医薬品各条に規定する緩衝液又は塩類溶液を加えて溶かし，又は懸濁し，試料溶液とする．その濃度は，通例，1 ～ 5 脂肪消化力単位/mL である．

基質溶液の調製

乳化液/オリブ油混液（3：1）200 ～ 300 mL を乳化器（図 4.03－2）の容器に入れ，10 ℃ 以下に冷却しながら，毎分 12000 ～ 16000 回転で 10 分間乳化する．この溶液は乳化後 1 時間冷所に放置し，油層の分離しないことを確認した後に使用する．

乳化液の調製

医薬品各条に規定するポリビニルアルコール 20 g に水 800 mL を加え，かき混ぜながら 75 ～ 80 ℃ で約 1 時間加熱して溶かす．冷後，必要ならばろ過し，水を加えて正確に 1000 mL とする．

操 作 法

基質溶液 5 mL 及び医薬品各条に規定する緩衝液 4 mL をそれぞれ正確に量り，三角フラスコに入れて振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 10 分間放置した後，試料溶液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 37 ± 0.5 ℃ で正確に 20 分間放置した後，エタノール（95）/アセトン混液（1：1）10 mL を加えて振り混ぜる．次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を正確に加え，更にエタノール（95）/アセトン混液（1：1）10 mL を加えて振り混ぜた後，過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（b mL）（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴）．別に基質溶液 5 mL 及び医薬品各条に規定する緩衝液 4 mL をそれぞれ正確に量り，三角フラスコに入れて振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 10 分間放置した後，エタノール（95）/アセトン混液（1：1）10 mL を加え，次に試料溶液 1 mL を正確に加えて振り混ぜる．次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を正確に加え，以下同様に操作して滴定〈2.50〉する（a mL）．

$$\text{脂肪消化力（単位/g）} = 50 \times (a - b) \times \frac{1}{20} \times \frac{1}{W}$$

W：試料溶液 1 mL 中の試料の量（g）

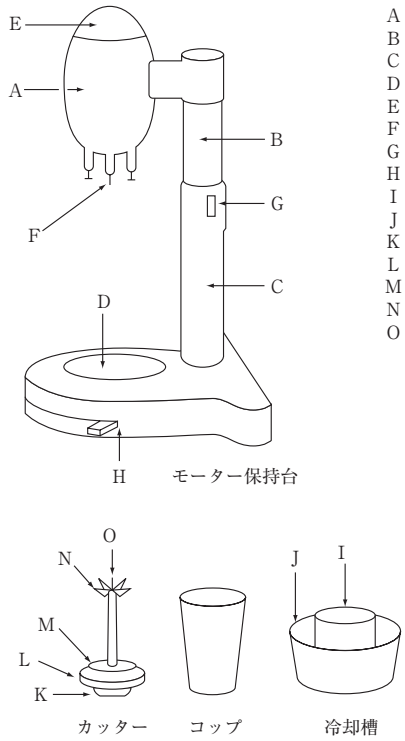


図 4.03－2　乳　化　器

4.04　発熱性物質試験法

発熱性物質試験法は，発熱性物質の存在をウサギを用いて試験する方法である．

試験動物

体重 1.5 kg 以上の健康なウサギで，使用前 1 週間以上は一定飼料で飼育し，体重の減少を見なかったものを試験動物として使用する．ウサギは個別ケージに入れ，興奮させないよう刺激のない環境で飼育する．試験前 48 時間以上及び試験中は室温を 20 ～ 27 ℃ の範囲内で一定に保つ．初めて試験に用いるウサギは，試験前 1 ～ 3 日間以内に注射を除く全操作を含む偽試験を行い，試験に馴化する．試験に用いたウサギを再使用する場合には，48 時間以上休養させる．ただし，発熱性物質陽性と判定された試料を投与されたウサギ，又は以前に被検試料と共通な抗原物質を含む試料を投与されたウサギは再使用しない．

装置及び器具

（1）　温度計　測定精度 ±0.1 ℃ 以内の直腸体温計又は体温測定装置を用いる．

（2）　注射筒及び注射針　発熱性物質除去処理として，通例 250 ℃ で 30 分間以上乾熱処理したものを用いる．又は滅菌済みの注射針を含むプラスチック製の注射筒で，発熱性物質が検出されないこと及び発熱性物質試験に対する干渉作用のないことが確認されたものを用いることができる．

操 作 法

（1）　試験用量　別に規定するもののほか，試験動物体重 1 kg につき試料 10 mL を投与する．

（2）　方法　試験は，飼育室と同じ室温に保った部屋で，刺激のない環境で行う．飼料は対照体温測定の数時間前から試験終了まで与えない．試験動物は，通例，自然な座姿勢のとれる緩やかな首枷固定器に固定する．体温は，直腸体温計又は測定装置の測温部分を直腸内に 60 ～ 90 mm の範囲内で一定の深さに挿入して測定する．試料注射の 40 分前から注射までの間に，30 分の間隔をとって 2 回測温し，それらの平均値を対照体温とする．これら 2 回の体温測定値の間に 0.2 ℃ を超える差がある動物，又は対照体温が 39.8 ℃ を超える動物は試験に用いない．

試料は 37 ± 2 ℃ に加温し，試験動物の耳静脈に緩徐に注射する．ただし 1 匹への注射は 10 分以内に完了させる．低張な試料には，発熱性物質を含まない塩化ナトリウムを加えて等張としてもよい．注射後 3 時間まで，30 分以内の間隔で体温を測定する．対照体温と最高体温との差を体温上昇度とする．体温が対照体温より低下した場合，体温上昇度を 0 ℃ とする．

判　定

3 匹の試験動物を用いて試験を行い，3 匹の体温上昇度の合計により判定する．ただし，試験結果により試験動物を 3 匹単位で追加する．初めの 3 匹の体温上昇度の合計が 1.3 ℃ 以下のとき発熱性物質陰性，2.5 ℃ 以上のとき発熱性物質陽性とする．体温上昇度の合計が 1.3 ℃ と 2.5 ℃ の間にあるとき，3 匹による試験を追加する．計 6 匹の体温上昇度の合計が 3.0 ℃ 以下のとき発熱性物質陰性，4.2 ℃ 以上のとき発熱性物質陽性とする．6 匹の体温上昇度の合計が 3.0 ℃ と 4.2 ℃ の間にあるとき，更に 3 匹による試験を追加する．計 9 匹の体温上昇度の合計が 5.0 ℃ 未満のとき発熱性物質陰性，5.0 ℃ 以上のとき発熱性物質陽性とする．

発熱性物質陰性のとき，被検試料は発熱性物質試験に適合する．

4.05　微生物限度試験法

微生物限度試験法は，医薬品などに存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性，定量試験法である．本試験法には生菌数試験（細菌及び真菌）及び特定微生物試験（大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌）が含まれる．試験を遂行するに当たって，外部からの微生物汚染が起こらないように，細心の注意を払う必要がある．また，被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は，希釈，ろ過，中和又は不活化などの手段によりその影響を除去しなければならない．それぞれの原料又は製品の任意に選択した異なる数箇所（又は部分）から採取したものを混和し，試料として試験を行う．試料を液体培地で希釈する場合は，速やかに試験を行う．また，本試験を行うに当たっては，バイオハザード防止に十分に留意する．

1．生菌数試験

本試験は，好気的条件下において増殖しうる中温性の細菌及び真菌を測定する試験である．本試験では低温菌，高温菌，好塩菌，嫌気性菌，特殊な成分を増殖に要求する菌などは，大量に存在していても陰性となることがある．本試験法には，メンブランフィルター法，カンテン平板混釈法，カンテン平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法（最確数法）の四つの方法があ

る．試験を行うときは，その目的に応じて適当と思われる方法を採用する．なお，ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は，自動化した方法の適用も可能である．細菌と真菌（かび及び酵母）では使用培地及び培養温度が異なる．液体培地段階希釈法（最確数法）は細菌のみに用いうる試験法である．

試料溶液の調製

試料の溶解又は希釈には，pH 7.2 のリン酸緩衝液，pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる．別に規定するもののほか，試料は 10 g 又は 10 mL を使用する．ただし，試料の性質によっては，これと異なる量のものを使用しなければならない場合がある．試料溶液は，pH 6 ～ 8 に調整する．試料溶液は調製後 1 時間以内に使用しなければならない．

液状製剤及び可溶性固形剤：10 g 又は 10 mL を量り，上記の緩衝液又は液体培地と混和して 100 mL とし，試料溶液とする．不溶性物質を含む液剤の場合，混和直前によく振り十分に均一化する．

不溶性固形剤：10 g を量り，不溶性物質をできるだけ細かく摩砕して，上記の緩衝液又は液体培地中に分散させて 100 mL とし，試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地で分散させても差し支えない．必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である．適当な界面活性剤（例えば，0.1 w/v% ポリソルベート 80）を加えて可溶化させてもよい．

脂質製品：脂質が主要な構成物質である軟膏，クリーム，ワックス，ローションなどの半固形剤及び液剤などは 10 g 又は 10 mL を量り，ポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 のような界面活性剤を用いて，上記の緩衝液又は液体培地中に乳化させて 100 mL とし，試料溶液とする．この場合 45 ℃ 以下の温度であれば加温して乳化させてもよい．ただし，30 分間以上試料を加温してはならない．

試験の手順

（1） メンブランフィルター法

本法は，試料に抗菌性物質が含まれる場合にこれを除去して試験しうる優れた方法である．メンブランフィルターは，孔径 0.45 μm 以下の適当な材質のものを使用する．フィルターの直径は約 50 mm のものが望ましいが，異なる直径のものも使用できる．フィルター，フィルター装置，培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない．通例，20 mL の試料溶液（2 g の試料を含む）を量り，2 枚のフィルターで 10 mL ずつろ過する．必要に応じて試料溶液を希釈して試験してもよい．菌濃度が高い場合は 1 枚のフィルター当たり 10 ～ 100 個の集落が出現するように希釈することが望ましい．試料溶液をろ過した後，各フィルターは pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液，pH 7.2 のリン酸緩衝液又は使用する液体培地などを洗浄液として用いて，3 回以上ろ過洗浄する．1 回のろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約 100 mL とするが，フィルターの直径が 50 mm と大きく異なる場合には，大きさに従って洗浄液の量を調整する．脂質を含む試料の場合には，洗浄液にポリソルベート 80 などを添加してもよい．ろ過後，細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の，真菌の試験を行うときはサブロー・ブドウ糖カンテン培地，ポテト・デキストロースカンテン培地又は GP カンテン培地（いずれも抗生物質添加）のいずれかの表面にフィルターを置く．細菌の試験は 30 ～ 35 ℃ で，真菌の試験は 20 ～ 25 ℃ でそれぞれ少なくとも 5 日間培養後，集落数を計測する．信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい．

（2） カンテン平板混釈法

本法では，直径 9 ～ 10 cm のペトリ皿を使用する．一希釈段階につき 2 枚以上のカンテン培地を使用する．1 mL の試料溶液又は試料溶液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する．これにあらかじめ 45 ℃ 以下に保温されて融けた状態にある滅菌したカンテン培地 15 ～ 20 mL を加えて混和する．カンテン培地としては，細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を，真菌の検出を目的とする場合はサブロー・ブドウ糖カンテン培地，ポテト・デキストロースカンテン培地又は GP カンテン培地（いずれも抗生物質添加）のいずれかを使用する．カンテンの固化後，細菌の試験は 30 ～ 35 ℃，真菌の試験は 20 ～ 25 ℃ で少なくとも 5 日間培養する．多数の集落が出現するときは，細菌の場合は一平板当たり 300 cfu 以下の集落を持つ平板から，真菌の場合は一平板当たり 100 cfu 以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する．信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい．

（3） カンテン平板表面塗抹法

本法は，固化させ表面を乾燥させたカンテン培地上に 0.05 ～ 0.2 mL の試料溶液をのせ，コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である．ペトリ皿の大きさ，使用カンテン培地の種類と量，培養温度と時間及び生菌数算出法などは，カンテン平板混釈法と同様である．

（4） 液体培地段階希釈法（最確数法）

本法では，9 ～ 10 mL のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を入れた 12 本の試験管を使用する．各希釈段階において 3 本の試験管を使用する．最初の試験管 3 本の各々に 1 mL の試料溶液（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）を加えて 10 倍希釈試験管とする．次いでこの 10 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり，3 本の試験管の各々に混和し，100 倍希釈試験管とする．更に 100 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり，3 本の試験管の各々に混和し，1,000 倍希釈試験管とする．残りの 3 本の試験管には，対照として各希釈段階の希釈液 1 mL をそれぞれ加える．これらの試験管は 30 ～ 35 ℃ で 5 日間以上培養する．対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない．結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は，カンテン培地又は液体培地に約 0.1 mL を移植し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 72 時間培養し，増殖の有無を判定する．表 4.05－1 から 1 g 又は 1 mL 当たりの最確数を求める．

第一カラム（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）において増殖を示した試験管数が 2 以下の場合，1 g 又は 1 mL 当たりの微生物の最確数は 100 以下の可能性が高い．

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

次に記す菌株，若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用することができる．ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培

表 4.05－1　微生物の最確数表

下記の量の試料を加えた場合に微生物の増殖が観察された試験管の数			試料 1 g 又は 1 mL 当たりの微生物の最確数
試験管当たり 0.1 g 又は 0.1 mL	試験管当たり 0.01 g 又は 0.01 mL	試験管当たり 1 mg 又は 1 μL	
3	3	3	>1100
3	3	2	1100
3	3	1	500
3	3	0	200
3	2	3	290
3	2	2	210
3	2	1	150
3	2	0	90
3	1	3	160
3	1	2	120
3	1	1	70
3	1	0	40
3	0	3	95
3	0	2	60
3	0	1	40
3	0	0	23

地を用い，細菌は 30 ～ 35 ℃，*Candida albicans* は 20 ～ 25 ℃ で培養する．

Escherichia coli

ATCC 8739，NCIMB 8545，NBRC 3972 など

Bacillus subtilis

ATCC 6633，NCIMB 8054，NBRC 3134，JCM 2499 など

Staphylococcus aureus

ATCC 6538，NCIMB 8625，NBRC 13276 など

Candida albicans

ATCC 2091，ATCC 10231，NBRC 1594，JCM 2085 など

培養液のそれぞれを pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液で希釈し，1 mL 当たり 50 ～ 200 cfu 前後の生菌を含む菌液を調製する．使用する培地は菌液を 1 mL 接種し，指定された温度で 5 日間培養したときに，十分な増殖又は接種菌数の回収が認められなければならない．試料の存在下と非存在下での菌数の差異が 1/5 以下の場合，希釈，ろ過，中和又は不活化などの手段によってその影響を除去しなければならない．培地，希釈液の無菌性又は試験が無菌的に遂行されているか否かを検証するために，使用した pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液を対照とする．

2．特定微生物試験

本試験は，大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌を測定する試験である．本試験で検出の目的とする 4 種の微生物は，最終製品だけではなく，原料及び製造工程の中間体などにおける微生物汚染を評価する場合に特に重要であり，また，それらの中に存在することが好ましくない微生物の代表である．

試料溶液の調製

別に規定するもののほか，生菌数試験の試料溶液の調製の項を適用する．試料の溶解又は希釈に液体培地を使用する場合は，別に規定するもののほか，それぞれの試験で規定されている培地を使用する．

試験の手順

（1）　大腸菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨンを加えて 100 mL とし，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 72 時間培養する．増殖が見られた場合は，培養液を軽く振った後，白金耳などでとり，マッコンキーカンテン培地上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．周囲に赤味がかった沈降線の帯を持つ赤レンガ色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合は大腸菌陰性と判定する．上記の特徴を持つ集落が検出された場合は EMB カンテン培地上にそれぞれの集落を塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．EMB カンテン培地上で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びた集落が見出されない場合は大腸菌陰性と判定する．上記の平板で大腸菌が疑われる集落については IMViC 試験（インドール産生試験，メチルレッド反応試験，フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験）を行い，パターンが「＋＋－－」又は「－＋－－」のものを大腸菌と判定する．また，大腸菌迅速同定用キットの使用も可能である．

（2）　サルモネラ

試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨンを加えて 100 mL とし，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 72 時間培養する．増殖が見られた場合は，培養液を軽く振った後，1 mL ずつを 10 mL のセレナイトシスチン液体培地及びテトラチオネート液体培地に接種し，12 ～ 24 時間培養する．なお，10 mL のセレナイトシスチン液体培地に代えて，同量のラパポート液体培地を使用することができる．培養後，それぞれの液体培地からブリリアントグリンカンテン培地，XLD カンテン培地及び亜硫酸ビスマスカンテン培地のうちの少なくとも 2 種類以上の培地上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．表 4.05－2 に適合する集落が見出されない場合はサルモネラ陰性と判定する．表 4.05－2 に適合するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合は白金線を用いて TSI 斜面カンテン培地の深部と斜面に疑われる集落を接種し，35 ～ 37 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．サルモネラが存在する場合は深部は黄色となり，斜面部は赤色のまま変化しない．通常，深部でガスの産生が見られるが，硫化水素は産生される場合とされない場合がある．キット使用を含む更に詳細な生化学的試験と血清学的試験を併用することで，サルモネラの同定，型別試験を行うことが望ましい．

表 4.05－2　選択培地上におけるサルモネラの形態学的特徴

培　地	集落の特徴
ブリリアントグリンカンテン培地	小型で無色透明又は不透明で白色～桃色（しばしば周囲に桃色～赤色の帯が形成される）
XLD カンテン培地	赤色，中心部に黒点が現れる場合とそうでない場合がある．
亜硫酸ビスマスカンテン培地	黒色又は緑色

（3）　緑膿菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な液体

培地に加えて 100 mL とする．乳糖ブイヨンの使用は好ましくない．この試料を含む液体培地を 30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．増殖が見られた場合は，白金耳などでセトリミドカンテン培地又は NAC カンテン培地に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．微生物の生育が観察されない場合は，緑膿菌陰性と判定する．グラム陰性桿菌で緑がかった蛍光物質を産生する集落を認めた場合にはフルオレセイン検出用シュードモナスカンテン培地及びピオシアニン検出用シュードモナスカンテン培地上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 72 時間培養する．前者の培地上で黄色の蛍光物質を産生した場合はフルオレセイン陽性，後者の培地上で青色の蛍光物質を産生した場合はピオシアニン陽性と判定する．緑膿菌の可能性の高い集落はオキシダーゼ試験を行う．疑わしい集落は，*N*,*N*–ジメチル–*p*–フェニレンジアンモニウム二塩酸塩をしみ込ませたろ紙に移す．5 ～ 10 秒以内に紫色に変色すればオキシダーゼ反応陽性と判定される．オキシダーゼ反応陰性の場合は，緑膿菌陰性と判定する．キットの使用を含む適当な生化学的試験を併用することで緑膿菌の存在を確認することも可能である．

（4） 黄色ブドウ球菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な培地に加えて 100 mL とする．この試料を含む液体培地を 30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．増殖が認められた場合は白金耳などで，フォーゲル・ジョンソンカンテン培地，ベアード・パーカーカンテン培地又はマンニット・食塩カンテン培地のいずれかの上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．表 4.05－3 に示す特徴を持ったグラム陽性球菌が見出されない場合は黄色ブドウ球菌陰性と判定する．黄色ブドウ球菌が疑われる集落についてはコアグラーゼ試験を行う．哺乳類由来の 0.5 mL の血漿（ウサギ又はウマ由来のものが望ましい；適当な添加物が加えられたものでもよい）を含む試験管に白金耳などを使って疑われる集落を接種し，37±1 ℃ の恒温槽中で培養する．3 時間後に凝固の有無を調べ，その後，適当な時間ごとに 24 時間まで凝固の有無を調べる．コアグラーゼ反応陽性と陰性の対照についても同時に試験を行う．凝固が観察されない場合は，黄色ブドウ球菌陰性と判定する．

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

試験には，表 4.05－4 に掲げられている菌株を規定された培地中で 30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間培養して使用する．次に，pH 7.0 のペプトン食塩水緩衝液，pH 7.2 のリン酸緩衝液又はそれぞれの菌株で指定された培地などを用いて，1 mL 当たり約 1000 cfu の生菌を含む菌液を調製する．必要に応じて，約 1000 cfu/mL の生菌を含む大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌の各 0.1 mL を混和して，試料の存在下，非存在下において，培地の有効性及び抗菌性物質の存在などを試験する．

再 試 験

不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は，試料 25 g 又は 25 mL を使って再試験を行う．方法は最初の試験法と同じであるが，試料の増加に比例して，培地などの量を増加させて行う．

表 4.05－3 選択培地上における黄色ブドウ球菌の形態学的特徴

培 地	集 落 の 特 徴
フォーゲル・ジョンソンカンテン培地	黄色の帯に囲まれた黒色
ベアード・パーカーカンテン培地	透明な帯に囲まれた黒色，光沢あり
マンニット・食塩カンテン培地	黄色の帯に囲まれた黄色

表 4.05－4 培地の有効性確認と特定微生物試験法の検証のために使用される菌株と培地

微生物	菌株名	培 地
大腸菌	ATCC 8739, NCIMB 8545, NBRC 3972 若しくはこれらと同等の菌株	乳糖ブイヨン
サルモネラ	特定せず*	乳糖ブイヨン
緑膿菌	ATCC 9027, NCIMB 8626, NBRC 13275 若しくはこれらと同等の菌株	ソイビーン・ガゼイン・ダイジェスト培地
黄色ブドウ球菌	ATCC 6538, NCIMB 8625, NBRC 13276 若しくはこれらと同等の菌株	ソイビーン・ガゼイン・ダイジェスト培地

* サルモネラの場合，非病原性又は病原性の弱い菌株が望ましい．*Salmonella* Typhi は使用しないほうがよい．

3．緩衝液と培地

微生物限度試験用の緩衝液と培地を以下に掲げる．他の培地でも類似の栄養成分を含み，かつ試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない．

（1） 緩衝液

（i） リン酸緩衝液，pH 7.2

保存溶液：リン酸二水素カリウム 34 g を水約 500 mL に溶かす．水酸化ナトリウム試液約 175 mL を加え，pH 7.1 ～ 7.3 に調整し，水を加えて 1000 mL とし，保存溶液とする．高圧蒸気滅菌後，冷所で保存する．用時，保存溶液を 800 倍に希釈し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間滅菌して用いる．

（ii） ペプトン食塩緩衝液，pH 7.0

リン酸二水素カリウム	3.56 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	18.23 g
塩化ナトリウム	4.30 g
ペプトン	1.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.9 ～ 7.1．0.1 ～ 1.0 w/v% のポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 を添加しても差し支えない．

（2） 培地

（i） ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0 g
ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.3.

（ii）　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.5.

（iii）　抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ペプトン（肉製及びカゼイン製）	10.0 g
ブドウ糖	40.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 5.4 ～ 5.8. 使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい.

（iv）　抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 5.4 ～ 5.8. 使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい.

（v）　抗生物質添加 GP（グルコース・ペプトン）カンテン培地

ブドウ糖	20.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
ペプトン	5.0 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 5.6 ～ 5.8. 使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい.

（vi）　乳糖ブイヨン

肉エキス	3.0 g
ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.7 ～ 7.1. 滅菌後はできるだけ速やかに冷却する.

（vii）　マッコンキーカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	17.0 g
カゼイン製ペプトン	1.5 g
肉製ペプトン	1.5 g
乳糖一水和物	10.0 g
デソキシコール酸ナトリウム	1.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	13.5 g
ニュートラルレッド	0.03 g
クリスタルバイオレット	1.0 mg
水	1000 mL

全成分を混和し，1 分間煮沸し，混和した後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.9 ～ 7.3.

（viii）　EMB（エオシンメチレンブルー）カンテン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
リン酸水素二カリウム	2.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
カンテン	15.0 g
エオシンY	0.40 g
メチレンブルー	0.065 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.9 ～ 7.3.

（ix）　セレナイト・シスチン液体培地

ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	4.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	10.0 g
亜セレン酸ナトリウム	4.0 g
L-シスチン	0.010 g
水	1000 mL

全成分を混和し，加温して溶かす．最終の pH 6.8 ～ 7.2. 滅菌してはならない.

（x）　テトラチオネート液体培地

カゼイン製ペプトン	2.5 g
肉製ペプトン	2.5 g
デソキシコール酸ナトリウム	1.0 g
炭酸カルシウム	10.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	30.0 g
水	1000 mL

固体を含む上記溶液を煮沸する．使用当日に水 20 mL にヨウ化カリウム 5 g 及びヨウ素 6 g を溶かした液を加える．更に滅菌ブリリアントグリン溶液（1 → 1000）10 mL を加え，混和する．その後は培地に熱を加えてはならない.

（xi）　ラパポート液体培地

ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
リン酸二水素カリウム	1.6 g
マラカイトグリーンシュウ酸塩	0.12 g
塩化マグネシウム六水和物	40.0 g
水	1000 mL

マラカイトグリーンシュウ酸塩と塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ別々に水に溶かして，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後，混和して使用する．最終の pH 5.4 ～ 5.8.

(xii) ブリリアントグリンカンテン培地

ペプトン（肉製及びカゼイン製）	10.0 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
フェノールレッド	0.080 g
ブリリアントグリン	0.0125 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，1 分間煮沸する．使用直前に 121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.7 ～ 7.1．約 50 ℃ に冷却してペトリ皿に分注する．

(xiii) XLD（キシロース・リジン・デソキシコール酸）カンテン培地

D-キシロース	3.5 g
塩酸 L-リジン	5.0 g
乳糖一水和物	7.5 g
白糖	7.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
酵母エキス	3.0 g
フェノールレッド	0.080 g
デソキシコール酸ナトリウム	2.5 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	6.8 g
クエン酸アンモニウム鉄（Ⅲ）	0.80 g
カンテン	13.5 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後の pH 7.2 ～ 7.6．高圧蒸気滅菌をしてはならない．過剰な加熱は避ける．煮沸後，約 50 ℃ に冷却してペトリ皿に分注する．

(xiv) 亜硫酸ビスマスカンテン培地

肉エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
ブドウ糖	5.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	4.0 g
硫酸鉄（Ⅱ）七水和物	0.30 g
亜硫酸ビスマス・インジケーター	8.0 g
ブリリアントグリン	0.025 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後の pH 7.4 ～ 7.8．高圧蒸気滅菌をしてはならない．過剰な加熱は避ける．煮沸後，約 50 ℃ に冷却してペトリ皿に分注する．

(xv) TSI（トリプルシュガーアイアン）カンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉製ペプトン	10.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
ブドウ糖	1.0 g
硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物	0.20 g
塩化ナトリウム	5.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.20 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	13.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かした後，小試験管に分注して 121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.5．斜面カンテン培地として使用する．なお，上記の組み合わせに加えて，肉エキスや酵母エキス 3 g を含むものや，硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物の代わりにクエン酸アンモニウム鉄（Ⅲ）を含むものも使用して差し支えない．

(xvi) セトリミドカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	20.0 g
塩化マグネシウム六水和物	3.0 g
硫酸カリウム	10.0 g
セトリミド	0.30 g
グリセリン	10 mL
カンテン	13.6 g
水	1000 mL

すべての成分を水に溶かし，グリセリンを加える．時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸した後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4．

(xvii) NAC カンテン培地

ペプトン	20.0 g
リン酸水素二カリウム	0.3 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.2 g
セトリミド	0.2 g
ナリジクス酸	0.015 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

最終の pH 7.2 ～ 7.6．滅菌してはならない．加温して溶かす．

(xviii) フルオレセイン検出用シュードモナスカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉製ペプトン	10.0 g
リン酸水素二カリウム	1.5 g
硫酸マグネシウム七水和物	1.5 g
グリセリン	10 mL
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

すべての成分を水に溶かして，グリセリンを加える．時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸した後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4．

（xix）ピオシアニン検出用シュードモナスカンテン培地

ゼラチン製ペプトン	20.0 g
塩化マグネシウム六水和物	3.0 g
硫酸カリウム	10.0 g
グリセリン	10 mL
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

すべての成分を水に溶かして，グリセリンを加える．時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸した後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4.

（xx）フォーゲル・ジョンソンカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
酵母エキス	5.0 g
D-マンニトール	10.0 g
リン酸水素二カリウム	5.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	10.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	16.0 g
水	1000 mL

全成分を混和した後，1 分間煮沸して溶かす．121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌後，45 ～ 50 ℃ に冷却する．滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4．これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液（1 → 100）20 mL を加えて混和する．

（xxi）ベアード・パーカーカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉エキス	5.0 g
酵母エキス	1.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	12.0 g
焦性ブドウ酸ナトリウム	10.0 g
カンテン	20.0 g
水	950 mL

全成分を混和し，時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸する．121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌した後，45 ～ 50 ℃ に冷却する．滅菌後の pH 6.6 ～ 7.0．これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液（1 → 100）10 mL と卵黄乳濁液 50 mL を加えて穏やかに混和した後，ペトリ皿に分注する．卵黄乳濁液は卵黄約 30 % ，生理食塩液約 70 % の割合で混和して調製する．

（xxii）マンニット・食塩カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
肉エキス	1.0 g
D-マンニトール	10.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸した後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.2 ～ 7.6.

4.06　無菌試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本試験法は，培養法によって増殖しうる微生物（細菌又は真菌）の有無を試験する方法であり，別に規定するもののほか，Ⅰ.メンブランフィルター法若しくは　Ⅱ.直接法により試験を行う．

この試験に使用する水，試薬・試液及び器具，器材など必要なものはすべて滅菌したものを用い，試験環境は無菌試験の実施に適していなければならない．操作は，無菌状態下で厳密な無菌的注意のもとで行う．汚染を避けるためにとられる予防措置は，本試験で検出されるべきいかなる微生物にも影響を与えないものとする．試験に際しては，作業領域の適切なサンプリング及び適切な制御によって，試験実施状態が問題ないことを確認する．

培地，洗浄液及びその調製法

培地は，別に規定する場合を除き，通例，液状チオグリコール酸培地及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用いる．◆試料の混濁又は粘性のために，液状チオグリコール酸培地が使用しにくいときは，変法チオグリコール酸培地を用いてもよい．ただし，変法チオグリコール酸培地を用いるときは，使用直前に水浴上で加熱し，嫌気条件下で培養する．◆ また，これらの成分を有する適当な品質の培地を用いてもよい．

（1）　液状チオグリコール酸培地

L-シスチン	0.5 g
カンテン	0.75 g
塩化ナトリウム	2.5 g
ブドウ糖	5.0 g
又はブドウ糖一水和物	5.5 g
酵母エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	15.0 g
チオグリコール酸ナトリウム	0.5 g
又はチオグリコール酸	0.3 mL
レザズリン溶液（1 → 1000），用時調製	1.0 mL
水	1000 mL

（滅菌後の pH 7.1 ± 0.2）

L-シスチン，カンテン，塩化ナトリウム，ブドウ糖，酵母エキス及びカゼイン製ペプトンを水と混合し，加熱して溶かした後，チオグリコール酸ナトリウム又はチオグリコール酸を溶解し，必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え，滅菌後の pH が 7.1 ± 0.2 になるように調整する．必要ならば温かいうちにろ紙を用いてろ過する．レザズリン溶液を加え，よく混和した後，培養終了時に培地の淡赤色部分が上部 1/2 以下にとどまるような表面積と深さの比をもつ容器に所定量ずつ分注し，バリデートされた方法で滅菌した後，2 ～ 25 ℃ で保存する．培地の上部 1/3 以上が淡赤色となったならば，その淡赤色が消失するまで培地容器を水浴中又は流通蒸気中で加熱し，容器中への汚染空気の浸入を防ぐような注意をしながら急速に冷却することで 1 回だけ使用できる．

◆（2） 変法チオグリコール酸培地

L-シスチン	0.5 g
塩化ナトリウム	2.5 g
ブドウ糖	5.0 g
又はブドウ糖一水和物	5.5 g
酵母エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	15.0 g
チオグリコール酸ナトリウム	0.5 g
又はチオグリコール酸	0.3 mL
水	1000 mL
（滅菌後の pH 7.1±0.2）	

調製法は，液状チオグリコール酸培地に準ずる．◆

（3） ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.3 g
又はブドウ糖一水和物	2.5 g
水	1000 mL
（滅菌後の pH 7.3±0.2）	

全成分を加え，加温して溶かした後，必要ならば水酸化ナトリウム試液を加え，滅菌後の pH が 7.3±0.2 になるように調整する．必要ならばろ紙を用いてろ過し，適当な試験容器に所定量ずつ分注し，バリデートされた方法で滅菌した後，2 ～ 25 ℃ で保存する．

（4） 洗浄液

肉製又はカゼイン製ペプトン	1.0 g
水	1000 mL
（滅菌後の pH 7.1±0.2）	

水に肉製又はカゼイン製ペプトンを溶かし，滅菌後の pH が 7.1±0.2 になるように調整する．必要ならばろ紙を用いてろ過し，適当な容器に必要量ずつを分注し，バリデートされた方法で滅菌した後，2 ～ 25 ℃ で保存する．

抗生物質医薬品又は抗菌剤を含む医薬品に対して用いる洗浄液には，必要に応じてバリデーション試験で適正であることが確認されている適当な中和剤又は不活化剤を加えてもよい．油性成分を含む医薬品や軟膏及びクリームに対して用いる洗浄液には，バリデーション試験で適正であることが確認されている適当な乳化剤を適正な濃度（例えば，10 g/L のポリソルベート 80）になるように加えてもよい．

培地の適合性

培地は，以下の試験に適合すること．この試験は，検体の無菌試験実施前に，又は並行して行うことができる．

（1） 培地の無菌性

培地の一部を，液状チオグリコール酸培地及び変法チオグリコール酸培地は 30 ～ 35 ℃ で，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は 20 ～ 25 ℃ で 14 日間培養したとき，微生物の増殖を認めてはならない．

（2） 培地の性能試験

培地は調製バッチごとに，また，市販液体培地にあっては，製造ロット（バッチ）ごとにその性能を試験する※1．表 4.06－1 に示す各細菌又は真菌，◆若しくはこれらと同等と考えられる菌株◆を菌種ごとに培地 1 容器当たり，100 個以下を接種し，規定の培養温度で培養したとき，細菌は 3 日間以内に，真菌は 5 日間以内に各菌が明らかな発育を示さなければならない．

表 4.06－1 培地性能試験及びバリデーション試験用菌株

培 地	試験菌株	培 養
液状チオグリコール酸培地	*Staphylococcus aureus*（ATCC 6538，NBRC 13276，CIP 4.83，NCTC 10788，NCIMB 9518） *Pseudomonas aeruginosa*（ATCC 9027，NBRC 13275，NCIMB 8626，CIP 82.118） *Clostridium sporogenes*（ATCC 19404，CIP 79.3，NCTC 532，又は ATCC 11437，NBRC 14293）	好気培養
◆変法チオグリコール酸培地	*Clostridium sporogenes*（ATCC 19404，CIP 79.3，NCTC 532，又は ATCC 11437，NBRC 14293）	嫌気培養◆
ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地	*Bacillus subtilis*（ATCC 6633，NBRC 3134，CIP 52.62，NCIMB 8054） *Candida albicans*（ATCC 10231，NBRC 1594，IP 48.72，NCPF 3179） *Aspergillus niger*（ATCC 16404，NBRC 9455，IP 1431.83，IMI 149007）	好気培養

これらの微生物は，マスターシードロットから継代数が 5 代を超えないように保存管理する．

培地の有効期間

◆非密封容器に入っている培地は，使用前 2 週間以内に培地の性能試験を行い，基準を満たしているならば，製造後 1 箇月間使用できる．密封容器に入っている培地は，使用前 3 箇月以内に培地の性能試験を行い，基準を満たしているならば，製造後 1 年間使用できる．◆

バリデーション試験

バリデーション試験は，無菌試験を実施する前に又は無菌試験と並行して，以下の場合に実施する．

a） 新たな製品について無菌試験を行う場合

b） 試験の実施条件に変更があった場合

以下に述べる改変を別として「製品の無菌試験」の項で述べられている方法と厳密に同じ方法で試験を行う．

メンブランフィルター法：Ⅰの操作により試料溶液をろ過，洗浄する．最後の洗浄液には表 4.06－1 に示す菌株若しくはこれらと同等と考えられる菌株を菌種ごとに 100 個以下加え，これをろ過し，試料フィルターとする．

直接法：Ⅱ－2 に定めた試料量を加えた試料培地に表 4.06－1 に示す菌株若しくはこれらと同等と考えられる菌株を菌種ごとに 100 個以下を加える．

いずれの場合においても，陽性対照としては試料溶液を加えない培地性能試験培地を置き，規定の温度で最長 5 日間培養する．培養後に，試料接種容器と陽性対照容器に肉眼的に同等な微生物の増殖が得られれば，この製品は試験条件下において抗菌性を有しないか，又は抗菌活性が十分に除去されているものとみなす．この場合，無菌試験はこれ以上の変更を行うことなく実施できる．もし，接種したいずれかの菌の発育がみられない場合，対照に比べて発育菌量が少ない場合，又は発育が遅延した場合，試料には微生物発育阻止活性があるものと判断す

◆※1 ただし，市販の粉末培地にあっては同一ロットの場合，培地の調製法が十分に管理されているなら，調製バッチごとに培地性能試験を実施しなくてもよい．◆

る．この場合には，抗菌性を除去するために，条件を変更し，バリデーション試験を繰り返す．一般に，メンブランフィルター法においては，メンブランフィルターの材質を吸着しにくいものに変更するか，洗浄液を増量するか，又は洗浄液に適当な不活化剤を加えるなど適当な方法で微生物発育阻止活性の発現を抑制する．メンブランフィルター 1 枚当たり，適当な界面活性剤を適量添加した洗浄液，◆各 100 mL◆で 5 回洗浄しても微生物発育阻止活性を抑制できない場合は，洗浄を追加することなく無菌試験を実施する．直接法においては，菌の発育に影響を及ぼさない適当な不活化剤を加えるか，微生物発育阻止活性がみられなくなるまで Ⅱ－2 の規定にかかわらず培地量を増やす．

製品の無菌試験

供試個数

無菌試験に供する医薬品の個数は，表 4.06－2 に基づいて当該ロットからロット全体を代表するように採取する．

表 4.06－2 ◆ロット当たりの抜き取り個数◆

ロット当たりの製造容器数	最少抜き取り個数（培地当たり）※1
注射剤	
100 個以下	10 % 又は 4 容器のうち多い方
101 個以上 500 個以下	10 容器
501 個以上	2 % 又は 20 容器のうち少ない方
◆501 個以上の大容量製品（表示量が 100 mL 以上）◆	◆2 % 又は 10 容器のうち少ない方◆
眼軟膏剤及び点眼剤等の非注射剤	
200 個以下	5 % 又は 2 容器のうち多い方
201 個以上	10 容器
単回使用製品の場合は，注射剤に準じた抜き取り個数とする	
固形バルク製品※2	
4 容器まで	各バルク容器
5 容器以上 50 容器以下	20 % 又は 4 容器のうち多い方
51 容器以上	2 % 又は 10 容器のうち多い方
抗生物質のバルク包装製品（5 g 以上）※3	6 容器
◆抗生物質のバルク包装製品（5 g 未満）◆	◆20 容器◆

※1 1 容器当たりの内容量が両培地に接種するに十分であるなら，ここに示した容器数とする．

※2 固形バルク製品とは，複数の注射剤の調製が可能な無菌原末製品を指す．

※3 抗生物質のバルク包装製品とは，複数の注射剤の調製が可能な抗生物質を指し，清浄空気下で溶解後は，一度に輸液器材等に分注しなければならない．

試験法

試験は，メンブランフィルター法又は直接法を用いて行う．試験には，適当な陰性対照を置く．メンブランフィルター法は，ろ過可能な製品に適用する．例えば，ろ過可能な水性，アルコール性又は油性の製品，本試験条件下で抗菌力を有さない水性又は油性の溶剤に混和若しくは溶解する製品に対しては，メンブランフィルター法を適用する．

Ⅰ．メンブランフィルター法

本法は，メンブランフィルターを用いて試料をろ過し，洗浄後，そのメンブランフィルターを培地に入れるか，又はろ過器に培地を入れて培養する方法である．メンブランフィルターは，孔径 0.45 μm 以下の適当な材質のものを用いる．ろ過器は，高圧蒸気法又はその他の方法で滅菌が可能であり，メンブランフィルターを装着したとき，漏れや逆流のないものを用いる．以下の方法は，直径約 50 mm のメンブランフィルターを使用することを仮定している．異なった直径のメンブランフィルターを使用するのであれば，希釈及び洗浄の液量はそれに応じて調整する．

Ⅰ－1．試料溶液の調製

a） 液状医薬品：そのまま試料溶液とする．

◆b） 用時溶解又は懸濁して用いる医薬品：添付の溶剤，生理食塩液，水又は洗浄液で用時の濃度に調製した後，試料溶液とする．◆

c） 油及び油性医薬品：粘度の低い油又は油性医薬品は，希釈せずに乾いたメンブランフィルターでろ過する．粘稠性の油及び油性医薬品は，ろ過滅菌によって無菌に製したミリスチン酸イソプロピル又は菌の発育に影響を及ぼさない他の溶剤を加え，ろ過可能な濃度に溶かして試料溶液を調製する．

d） 軟膏剤：脂肪を基剤とする軟膏剤及び油中水滴型の乳剤は，ろ過滅菌によって無菌に製したミリスチン酸イソプロピル又は菌の発育に影響を及ぼさない他の溶剤を加え，必要ならば 40 ℃ を超えない加温によってろ過可能な濃度に溶かして試料溶液を調製する．例外的な場合でも加温温度は 44 ℃ を限度とする．

Ⅰ－2．試験に供する試料量

培地当たり容器から採取する試料の最少量は，別に規定するもののほか，表 4.06－3 による．1 容器中の表示容量がこれらの試験を行うのに十分でない場合には，表 4.06－2 に示す容器数の 2 倍又はそれ以上を抜き取り，別々の培地に接種する．メンブランフィルター法を用いる場合には，表 4.06－3 に示す量より少なくならないように，可能ならば容器の全容量を接種する．必要ならば，約 100 mL の洗浄液で希釈してから試験に用いる．

表 4.06－3 各培地当たりの最少試料採取量

製品の表示量	最少採取量（培地当たり）
液剤（抗生物質を除く）	
1 mL 未満	全量
1 mL 以上 40 mL 以下	半量，ただし 1 mL 以上
40 mL 超 100 mL 以下	20 mL
100 mL 超	10 %，ただし 20 mL 以上
抗生物質（液剤）	1 mL
水溶性又はミリスチン酸イソプロピルで可溶性の他の医薬品	全量，ただし 200 mg 以上
懸濁又は乳化して用いる非水溶性医薬品，クリーム又は軟膏剤	200 mg 以上
固形剤	
50 mg 未満	全量
50 mg 以上 300 mg 未満	半量，ただし 50 mg 以上
300 mg 以上 5 g 以下	150 mg
5 g 超	500 mg

Ⅰ－3．操作

通例，1 個又は 2 個一組のろ過器で試料溶液のろ過を完了させる．なお，試料溶液がろ過しにくいときは，洗浄液を用いて試料溶液を更に希釈した後，ろ過してもよい．試料溶液をろ過器内に注入してろ過した後，メンブランフィルター 1 枚当たり洗浄液 100 mL ずつでバリデーション試験で確立した回数洗う．ただし，試料が微生物発育阻止活性を有しない場合は，洗浄操作を省くことができる．メンブランフィルターの培養には，下記の 2 法のうちいずれかを用いる．なお，各培地の量は，バリデーション試験で確立した量を使用する．

（1） メンブランフィルターをろ過器から外し，半分に切断するか，あらかじめ試料溶液を 2 等分し，それぞれに

つき同一ろ過操作を行うことによって得られた 2 枚のメンブランフィルターをそれぞれの培地に入れる．

（2） メンブランフィルターを装着したろ過器内に試料溶液を 2 等分にろ過後，それぞれの培地を加える．

Ⅱ．直接法

本法は，試料の全部又は一部を直接培地に加えて培養する方法であり，通例，メンブランフィルター法を適用できない医薬品及びメンブランフィルター法より本法の適用が合理的である医薬品に適用する．◆水銀保存剤を含む医薬品でメンブランフィルター法を適用できない場合は，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の代わりに，液状チオグリコール酸培地を用い，20 ～ 25 ℃ で培養する．◆

Ⅱ－1．試料溶液の調製

通例，メンブランフィルター法を準用する．ただし，通常の方法で溶解できない医薬品は，適当な方法で懸濁又は微細化したものを試料とする．

a） 油性液：バリデーション試験で適正であることが確認されている適当な乳化剤を適正な濃度（例えば，10 g/L のポリソルベート 80）になるように加えた培地を使用する．

b） 軟膏剤及びクリーム：1 g/L の肉製又はカゼイン製ペプトン溶液のような無菌希釈液に，選定された適当な乳化剤を加え，約 1∶10 に希釈し，この希釈した試料を，乳化剤を含まない培地へ移植する．

Ⅱ－2．試験に供する試料量

ピペット，注射器又は適当な器具を用い，別に規定するもののほか，表 4.06－3 に示す量を培地に直接移す．この際，別に規定するもののほか，接種量は培地量の 10 % を超えてはならない．油性医薬品を含む培地は，観察日ごとに静かに振り混ぜる．しかし，チオグリコール酸培地を嫌気性菌の検出に使用する場合は，嫌気性条件を維持するために，振り混ぜは最小限のものとする．

培養及び観察

液状チオグリコール酸培地◆及び変法チオグリコール酸培地◆は 30 ～ 35 ℃ で，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地は 20 ～ 25 ℃ で 14 日間以上培養し，培養期間中に数回，及び培養最終日に菌の発育の有無を観察する．試料によって培地が混濁し，判定が困難な場合，そのほか必要な場合には，培養 14 日目に新しい培地に◆適量◆を移植し，同じ温度で元の培地とともに 4 日間以上培養する．

判　定

以上の試験の結果，菌の発育を認めないときは，無菌試験に適合とする．菌の発育が認められたときは，不適と判定する．◆ただし，試験に供した検体とは関係なく無菌試験自体に問題があったことが立証された場合には，再試験を行うことができる．◆ 再試験の結果，菌の発育が認められないときは，無菌試験に適合とする．菌の発育が認められたときは，不適と判定する．

5. 生薬試験法

5.01　生薬試験法

生薬試験法は，生薬総則に規定する生薬に適用する試験法である．

試料の採取

別に規定するもののほか，次の方法によって試料を採取し，必要ならば気密容器に保存する．

（1） 小形の生薬，切断生薬及び粉末生薬は，よくかき混ぜた後，試料 50 ～ 250 g を採取する．

（2） 大形の生薬はよくかき混ぜた後，試料 250 ～ 500 g を採取する．

（3） 1 個の質量が 100 g 以上の生薬は 5 個以上を採取し，試料とするか，又は生薬を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後，試料 500 g 以上を採取する．

分析用試料の調製

試料をよく混ぜ，粉末生薬はそのまま，粉末生薬でないものは，別に規定するもののほか，粉末とし，もし，粉末にできないものは，なるべく細かくした後，薄く広げて平均した部分をとり，分析用試料とする．必要ならば気密容器に保存する．

鏡　検

（1） 装置

光学顕微鏡を使用する．対物レンズは 10 倍及び 40 倍を，接眼レンズは 10 倍を用いる．

（2） 鏡検用プレパラートの作成

（i） 切片　切片をスライドガラス上にとり，封入剤 1 ～ 2 滴を滴加した後，気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う．観察に用いる切片の厚さは，通例，10 ～ 20 μm とする．

（ii） 粉末　粉末の試料約 1 mg をスライドガラス上にとり，膨潤剤 1 ～ 2 滴を滴加し，気泡が入らないように小ガラス棒の先でよくかき混ぜた後，しばらく放置して試料を膨潤させる．封入剤 1 滴を滴加した後，組織片が重ならないように均等に広げ，気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆う．組織片が不透明な場合は，別に粉末の試料約 1 mg をスライドガラス上にとり，抱水クロラール試液 1 ～ 2 滴を滴加した後，小ガラス棒の先で混ぜながら突沸しないように加熱し，試料を透明化する．冷後，封入剤 1 滴を滴加し，以下同様にカバーガラスで覆う．

封入剤及び膨潤剤は，別に規定するもののほか，水/グリセリン混液（1∶1）又は水/エタノール（95)/グリセリン混液（1∶1∶1）を用いる．

（3） 性状の項の各要素の観察

切片は，通例，外側から内側に向かい，次いで細胞内容物の順に医薬品各条に記載されており，この順に観察する．粉末は，特徴的なもの又は多量に出現するもの，まれに現れるもの，次いで細胞内容物の順に医薬品各条に記載されており，この順に観察する．

純度試験

（1） 異物　別に規定するもののほか，試料 25 ～ 500 g を量り，薄く広げて生薬中の異物を，肉眼又は 10 倍のルーペを用いて選びだし，その質量を量り，異物の量（%）とす

る．

（2）　総 BHC 及び総 DDT（末は，本品の粉末を本品に読み替える）

本操作に用いる塩化ナトリウム，無水硫酸ナトリウム及びカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムは，それぞれ約 130 ℃ で 12 時間以上加熱した後，デシケーター（シリカゲル）で冷したものを用いる．また，カラムは，カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 20 g を 200 mL のフラスコにとり，生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を加えて激しく振り混ぜ，直ちに内径約 2 cm，長さ約 30 cm のクロマトグラフィー管に注入し，上部のヘキサン層の深さが約 5 cm になるまでヘキサンを流出し，次に無水硫酸ナトリウム 8 g をカラム上端から入れ，無水硫酸ナトリウムの上部に少量のヘキサンが残る程度まで更にヘキサンを流出させたものを用いる．

本品の紛末約 5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，生薬純度試験用アセトン/水混液（5：2）30 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，生薬純度試験用アセトン/水混液（5：2）30 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，アセトン臭がほとんどなくなるまで，減圧，40 ℃ 以下で濃縮する．濃縮液を塩化ナトリウム試液 100 mL を入れた分液漏斗に移し，生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を加えて 5 分間振り混ぜて抽出する．水層は生薬純度試験用ヘキサン 50 mL を用いて再度この操作を行う．ヘキサン層を合わせ，塩化ナトリウム試液 50 mL を入れた分液漏斗に移し，5 分間振り混ぜる．ヘキサン層をとり，無水硫酸ナトリウム 30 g を用いて乾燥した後，ろ過する．残留物を生薬純度試験用ヘキサン 20 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，減圧，40 ℃ 以下で濃縮して約 5 mL とする．この液をカラムに入れ，生薬純度試験用ヘキサン/生薬純度試験用ジエチルエーテル混液（17：3）300 mL を用いて 1 分間に 5 mL 以下の速度で流出する．全流出液を減圧，40 ℃ 以下で濃縮し，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 5 mL とする．この液を共栓付き試験管に移し，硫酸 1 mL を加えて，注意して振り混ぜる．次にこの上層液から 4 mL をとり，別の共栓付き試験管に移し，水 2 mL を加えて，軽く振り混ぜる．続いてこの上層液から 3 mL を共栓付き遠心管に移し，無水硫酸ナトリウム 1 g を用いて乾燥した後，遠心分離して上澄液を試料溶液とする．別に α-BHC，β-BHC，γ-BHC，δ-BHC，*o*,*p*'-DDT，*p*,*p*'-DDT，*p*,*p*'-DDD，*p*,*p*'-DDE，それぞれ約 10 mg を精密に量り，生薬純度試験用アセトン 5 mL に溶かし，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の α-BHC，β-BHC，γ-BHC，δ-BHC，*o*,*p*'-DDT，*p*,*p*'-DDT，*p*,*p*'-DDD，*p*,*p*'-DDE，に対応するピークの面積，A_{TA} 及び A_{SA}，A_{TB} 及び A_{SB}，A_{TC} 及び A_{SC}，A_{TD} 及び A_{SD}，A_{TE} 及び A_{SE}，A_{TF} 及び A_{SF}，A_{TG} 及び A_{SG}，A_{TH} 及び A_{SH} を測定し，次式により α-BHC，β-BHC，γ-BHC，δ-BHC，*o*,*p*'-DDT，*p*,*p*'-DDT，*p*,*p*'-DDD 及び *p*,*p*'-DDE の量を求める．

α-BHC の量（ppm）

$$= \frac{\alpha\text{-BHC の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TA}}{A_{SA}} \times 50$$

β-BHC の量（ppm）

$$= \frac{\beta\text{-BHC の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TB}}{A_{SB}} \times 50$$

γ-BHC の量（ppm）

$$= \frac{\gamma\text{-BHC の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \times 50$$

δ-BHC の量（ppm）

$$= \frac{\delta\text{-BHC の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TD}}{A_{SD}} \times 50$$

o,*p*'-DDT の量（ppm）

$$= \frac{o,p'\text{-DDT の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TE}}{A_{SE}} \times 50$$

p,*p*'-DDT の量（ppm）

$$= \frac{p,p'\text{-DDT の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TF}}{A_{SF}} \times 50$$

p,*p*'-DDD の量（ppm）

$$= \frac{p,p'\text{-DDD の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TG}}{A_{SG}} \times 50$$

p,*p*'-DDE の量（ppm）

$$= \frac{p,p'\text{-DDE の秤取量（g）}}{W} \times \frac{A_{TH}}{A_{SH}} \times 50$$

W：本品の粉末の秤取量（g）

総 BHC の量（ppm）

= α-BHC の量（ppm）+ β-BHC の量（ppm）
+ γ-BHC の量（ppm）+ δ-BHC の量（ppm）

総 DDT の量（ppm）

= *o*,*p*'-DDT の量（ppm）+ *p*,*p*'-DDT の量（ppm）
+ *p*,*p*'-DDD の量（ppm）+ *p*,*p*'-DDE の量（ppm）

試験条件

検出器：電子捕獲検出器

注入方法：スプリットレス注入法

カラム：内径 0.3 mm，長さ 30 m のガスクロマトグラフィー用石英製キャピラリーカラムの内壁にガスクロマトグラフィー用 7 % シアノプロピル-7 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 0.25 ～ 1.0 μm の厚さで被覆したもの．

カラム温度：注入後，2 分間 60 ℃ に保ち，その後 200 ℃ まで毎分 10 ℃ で昇温し，次いで 260 ℃ まで毎分 2 ℃ で昇温する．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：すべての対象物質の保持時間が 10 分から 30 分となるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 μL から得た各対象物質のピーク面積が，標準溶液から得た各対象物質のピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確

認する．

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，各対象物質のピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，各対象物質のピーク面積の相対標準偏差は 10 % 以下である．

乾燥減量

別に規定するもののほか，分析用試料 2 ～ 6 g をあらかじめ質量を量ったはかり瓶に入れ，その質量を精密に量り，105 ℃ で 5 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，その質量を精密に量る．再びこれを 105 ℃ で乾燥し，1 時間ごとに質量を精密に量り，恒量になったときの減量を乾燥減量（%）とする．ただし，乾燥時間の規定があるときは，規定された時間乾燥した後，質量を精密に量り，その減量を乾燥減量（%）とする．

灰　分

あらかじめ白金製，石英製又は磁製のるつぼを 500 ～ 550 ℃ で 1 時間強熱し，放冷後，その質量を精密に量る．別に規定するもののほか，分析用試料 2 ～ 4 g を採取し，前のるつぼに入れ，その質量を精密に量り，必要ならばるつぼのふたをとるか，又はずらし，初めは弱く加熱し，徐々に温度を上げて 500 ～ 550 ℃ で 4 時間以上強熱して，炭化物が残らなくなるまで灰化する．放冷後，その質量を精密に量る．再び残留物を恒量になるまで灰化し，放冷後，その質量を精密に量り，灰分の量（%）とする．この方法で，なお炭化物が残り，恒量にならないときは，熱湯を加えて浸出し，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，残留物はろ紙及びろ紙上の不溶物と共に炭化物がなくなるまで強熱する．これにろ液を加えた後，蒸発乾固し，強熱する．放冷後，質量を精密に量り，灰分の量（%）とする．この方法でも炭化物が残るときは，エタノール（95）少量を加えて潤し，ガラス棒で炭化物を砕き，ガラス棒をエタノール（95）少量で洗い，エタノールを注意して蒸発した後，前と同様に操作して灰分を量る．放冷はデシケーター（シリカゲル）で行う．

酸不溶性灰分

灰分に希塩酸 25 mL を注意して加え，5 分間穏やかに煮沸し，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，熱湯でよく洗い，残留物をろ紙と共に乾燥した後，灰分の項と同様に操作した質量既知の白金製，石英製又は磁製のるつぼ中で 3 時間強熱し，デシケーター（シリカゲル）で放冷後，その質量を精密に量り，酸不溶性灰分の量（%）とする．得た値が規定の値より大きい場合は，恒量になるまで強熱する．

エキス含量

エキス含量の試験は次の定量法によって行う．

（1）　希エタノールエキス定量法　別に規定するもののほか，分析用試料約 2.3 g を精密に量り，適当なフラスコに入れ，希エタノール 70 mL を加え，時々振り混ぜて 5 時間浸出し，更に 16 ～ 20 時間放置した後，ろ過する．フラスコ及び残留物は，ろ液が 100 mL になるまで希エタノールで洗う．ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 4 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷後，その質量を精密に量り，2 を乗じて希エタノールエキスの量とする．乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し，エキス含量（%）を算出する．

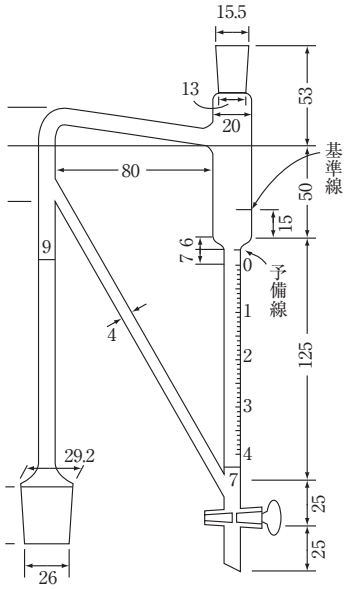
（2）　水製エキス定量法　（1）の希エタノールの代わりに水を用いて同様に操作し，その質量を精密に量り，2 を乗じて水製エキスの量とする．乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した試料量に対し，エキス含量（%）を算出する．

（3）　エーテルエキス定量法　別に規定するもののほか，分析用試料をデシケーター（シリカゲル）で 48 時間乾燥し，その約 2 g を精密に量り，適当なフラスコに入れ，ジエチルエーテル 70 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 4 時間穏やかに煮沸し，放冷後，ろ過する．フラスコ及び残留物は，ろ液が 100 mL になるまでジエチルエーテルで洗う．ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その質量を精密に量り，2 を乗じてエーテルエキスの量とし，エキス含量（%）を算出する．

精油含量

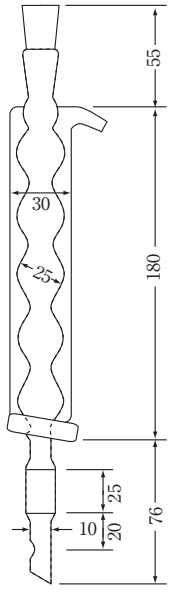
精油含量の試験は次の精油定量法により行う．

精油定量法　医薬品各条に規定する量の分析用試料を，1 L の共通すり合わせ硬質ガラスフラスコに入れ，5 ～ 10 倍量の水を加えた後，精油定量器（図 5.01－1）を装着し，定量器の上端に還流冷却器（図 5.01－2）を付け，油浴中で注意して 130 ～ 150 ℃ で加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にキシレン 2.0 mL を加えておく．別に規定するもののほか，5 時間沸騰を続けた後，加熱をやめ，しばらく放置した後，定量器の活栓を開き，水を徐々に流出させ，油層の上端を目盛り管の予備線にほぼ一致させ，常温で 1 時間以上放置する．次に油層の上面を目盛り管のゼロ線まで低下させ，常温で油量（mL）を量り，キシレンの量を減じて生薬中の精油量とする．



数字は mm を示す

図 5.01－1



数字は mm を示す

図 5.01－2

5.02　生薬の微生物限度試験法

生薬の微生物限度試験法は，生薬に存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性，定量試験法である．本試験法には生菌数試験（好気性細菌と真菌）及び特定微生物試験（腸内細菌とその他のグラム陰性菌，大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌）が含まれる．試験を遂行するに当たって，外部からの微生物汚染が起こらないように，細心の注意を払う必要がある．また，被検試料が抗菌作用を有する場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は，希釈，ろ過，中和又は不活化などの手段によりその影響を除去しなければならない．試料は任意に選択した異なる数箇所（又は部分）から採取したものを混和し用いる．試料を液体培地で希釈する場合は，速やかに試験を行う．また，本試験を行うに当たっては，バイオハザード防止に十分に留意する．

1．生菌数試験

本試験は，好気的条件下において増殖しうる中温性の好気性細菌と真菌（かび及び酵母）を測定する試験である．本試験では低温菌，高温菌，好塩菌，嫌気性菌，特殊な成分を増殖に要する菌などは，大量に存在しても陰性となることがある．本試験法には，カンテン平板混釈法，カンテン平板表面塗抹法，液体培地段階希釈法（最確数法）及びメンブランフィルター法の 4 つの方法がある．試験を行うときは，その目的に応じて適当と思われる方法を採用する．なお，ここに示した方法と同等以上の検出感度と精度を有する場合は，自動化した方法の適用も可能である．好気性細菌と真菌では使用培地及び培養温度が異なる．液体培地段階希釈法（最確数法）は細菌のみに用いうる試験法である．

試料の採取と調製

別に規定するもののほか，次の方法によって試料を採取し，測定用の試料を調製する．

（1）　小形の生薬，切断生薬及び粉末生薬は，よくかき混ぜた後，試料 50 ～ 250 g を採取する．

（2）　大形の生薬はよくかき混ぜた後，試料 250 ～ 500 g を採取し，切断生薬を調製する．

（3）　1 個の質量が 100 g 以上の生薬は 5 個以上を採取し，試料とするか，又は生薬を適当な大きさに切断してよくかき混ぜた後，試料 500 g 以上を採取し，必要に応じて切断生薬を調製する．

（4）　液状の生薬又は製剤は混和した後採取する．

（5）　不溶性固形剤は不溶性物質をできるだけ細かく磨砕した後採取する．

試料溶液の調製

試料の分散又は希釈には，pH 7.2 のリン酸緩衝液，pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる．別に規定するもののほか，通例，試料 10 g 又は 10 mL を量り，上記の緩衝液又は液体培地 90 mL 中に振り混ぜ分散又は溶解し，分散した試料は，更に，10 分間振り混ぜる．なお，付着菌の回収率の低い生薬については同様の操作を繰り返し，試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか，異なる量の試料を使用しなければならない場合がある．試料溶液は，pH 6 ～ 8 に調整する．試料溶液は調製後 1 時間以内に使用しなければならない．

液状製剤：10 mL を量り，上記の緩衝液又は液体培地 90 mL 中に振り混ぜ試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか，異なる量の試料を使用しなければならない場合がある．

不溶性固形剤：10 g を量り，不溶性物質をできるだけ細かく磨砕して，上記の緩衝液又は液体培地 90 mL 中に振り混ぜ試料溶液とする．ただし，試料の性質によっては，規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地中に分散させるか，異なる量の試料を使用しなければならない場合がある．必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である．適当な界面活性剤（例えば，0.1 w/v% ポリソルベート 80）を加えて可溶化させてもよい．

試験の手順

（1）　カンテン平板混釈法

本法では，直径 9 ～ 10 cm のペトリ皿を使用する．一希釈段階につき 2 枚以上のカンテン培地を使用する．1 mL の試料溶液又は試料溶液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する．これにあらかじめ 45 ℃ 以下に保温されて融けた状態にある滅菌したカンテン培地 15 ～ 20 mL を加え混和する．カンテン培地としては，好気性細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を使用する．試料中に混在する生薬の組織片などへの対応や真菌の増殖をできるだけ抑制する目的から，好気性細菌染色色素 TTC 試液や抗真菌剤アムホテリシン B 試液を培地に添加することができる．TTC 試液及びアムホテリシン B 試液は，滅菌したカンテン培地へ使用直前に 1 L 当たり TTC 試液 2.5 ～ 5 mL，アムホテリシン B 試液 2 mL を添加し，混和する．真菌の検出を目的とする場合は抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地，抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地又は抗生物質添加 GP カンテン培地のいずれかを使用する．かびがカンテン培地上に拡散する場合は，ローズベンガル試液を培地に添加することができる．ローズベンガル試液は，カンテン培地 1 L 当たり 5 mL を添加し，混和後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．カンテンの固化後，好気性細菌の試験は 30 ～ 35 ℃，真菌の試験は 20 ～ 25 ℃ で少なくとも 5 日間培養する．多数の集落が出現するときは，好気性細菌の場合は一平板当たり 300 cfu 以下の集落を持つ平板から，真菌の場合は一平板当たり 100 cfu 以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する．信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい．

（2）　カンテン平板表面塗抹法

本法は，固化させ表面を乾燥させたカンテン培地上に 0.05 ～ 0.2 mL の試料溶液をのせ，コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である．ペトリ皿の大きさ，使用カンテン培地の種類と量，添加試薬，培養温度と時間及び生菌数算出法などは，カンテン平板混釈法と同様である．

（3）　液体培地段階希釈法（最確数法）

本法では，9 ～ 10 mL のソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を入れた試験管を使用する．各希釈段階において 3 本の試験管を使用する．最初の試験管 3 本の各々に 1 mL の試料溶液（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）を加え

て 10 倍希釈試験管とする．次いでこの 10 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり，3 本の試験管の各々に混和し，100 倍希釈試験管とする．更に 100 倍希釈試験管の各々から 1 mL をとり，3 本の試験管の各々に混和し，1000 倍希釈試験管とする．なお，希釈が必要な場合には同様な操作を繰り返す．対照として各希釈段階の希釈液 1 mL を 1 本の試験管にそれぞれ加える．これらの試験管は 30 ～ 35 ℃ で少なくとも 5 日間以上培養する．対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない．結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は，カンテン培地又は液体培地に約 0.1 mL を移植し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 72 時間培養し，増殖の有無を判定する．表 5.02－1 から 1 g 又は 1 mL 当たりの最確数を求める．

第一カラム（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）において増殖を示した試験管数が 2 以下の場合，1 g 又は 1 mL 当たりの微生物の最確数は 100 以下の可能性が高い．

表 5.02－1　微生物の最確数表

下記の量の試料を加えた場合に微生物の増殖が観察された試験管の数			試料1 g 当たり又は 1 mL 当たりの微生物の最確数
試験管当たり 0.1 g 又は 0.1 mL	試験管当たり 0.01 g 又は 0.01 mL	試験管当たり 1 mg 又は 1 μL	
3	3	3	>1100
3	3	2	1100
3	3	1	500
3	3	0	200
3	2	3	290
3	2	2	210
3	2	1	150
3	2	0	90
3	1	3	160
3	1	2	120
3	1	1	70
3	1	0	40
3	0	3	95
3	0	2	60
3	0	1	40
3	0	0	23

（4） メンブランフィルター法

本法では，メンブランフィルターは，孔径 0.45 μm 以下の適当な材質のものを使用する．フィルターの直径は，約 50 mm のものが望ましいが，異なる直径のものも使用できる．フィルター，フィルター装置，培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない．通例，20 mL の試料溶液（2 g の試料を含む）を量り，2 枚のフィルターで 10 mL ずつろ過する．必要に応じて試料溶液を希釈して試験してもよい．菌濃度が高い場合は 1 枚のフィルター当たり 10 ～ 100 cfu の集落が出現するように希釈することが望ましい．試料溶液をろ過した後，各フィルターは pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液，pH 7.2 のリン酸緩衝液又は使用する液体培地などを洗浄液として用いて，3 回以上ろ過洗浄する．1 回のろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約 100 mL とするが，フィルターの直径が約 50 mm と異なる場合には，大きさに従って洗浄液の量を調整する．脂質を含む試料の場合には，洗浄液にポリソルベート 80 などを添加してもよい．ろ過後，好気性細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地の，真菌の試験を行うときはサブロー・ブドウ糖カンテン培地，ポテト・デキストロースカンテン培地又は GP カンテン培地（いずれも抗生物質添加）のいずれかの表面にフィルターを置く．好気性細菌の試験は 30 ～ 35 ℃ で，真菌の試験は 20 ～ 25 ℃ でそれぞれ少なくとも 5 日間培養後，集落数を計測する．信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい．

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

次に記す菌株，若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用することができる．ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用い，細菌は 30 ～ 35 ℃，*Candida albicans* は 20 ～ 25 ℃ で培養する．

Escherichia coli

NBRC 3972，ATCC 8739，NCIMB 8545 など

Bacillus subtilis

NBRC 3134，ATCC 6633，NCIMB 8054 など

Staphylococcus aureus

NBRC 13276，ATCC 6538，NCIMB 9518 など

Candida albicans

NBRC 1393，NBRC 1594，ATCC 2091，ATCC 10231 など

培養液のそれぞれを pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液で希釈し，1 mL 当たり 50 ～ 200 cfu 前後の生菌を含む菌液を調製する．使用する培地は菌液を 1 mL 接種し，指定された温度で 5 日間培養したときに，十分な増殖又は接種菌数の回収が認められなければならない．試料の存在下と非存在下での比較において菌数の差異が 1/5 以下の場合，希釈，ろ過，中和又は不活化などの手段によってその影響を除去しなければならない．培地，希釈液の無菌性又は試験が無菌的に遂行されているか否かを検証するために，使用した pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液又は pH 7.2 のリン酸緩衝液を対照とする．

2．特定微生物試験

本試験は，腸内細菌とその他のグラム陰性菌，大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌を測定する試験である．

試料の採取と調製

生菌数試験の試料の採取と調製の項を適用する．

試料溶液の調製

別に規定するもののほか，生菌数試験の試料溶液の調製法を適用する．試料の調製において液体培地を使用する場合は，別に規定するもののほか，それぞれの試験で規定されている培地を使用する．なお，試料の発育阻止物質の除去や分散性を考慮して，試料量と培地量を適宜，調整することができる．

試験の手順

（1） 腸内細菌とその他のグラム陰性菌

（i） 定性試験

試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨン 90 mL を加えて振り混ぜて分散又は溶解し，10 mL をモーゼル腸

内細菌増菌ブイヨン培地 90 mL に接種し 35 ～ 37 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．培養液を軽く振った後，1 白金耳をとり，ブドウ糖添加 VRB カンテン培地上に塗抹し，35 ～ 37 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．通例，赤又は赤味がかった集落が検出された場合，陽性と判定する．

（ii）　定量試験

定性試験で腸内細菌とその他グラム陰性菌が認められた場合，試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨン 90 mL に振り混ぜて分散又は溶解し，試料溶液 1 mL（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）をモーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地 9 mL に接種し，振り混ぜる．次いでこの希釈試料溶液から 1 mL をとり，モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地 9 mL に接種し，振り混ぜる（0.01 g 又は 0.01 mL の試料を含む）．更に，希釈試料溶液から 1 mL をとり，モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地 9 mL に接種し，振り混ぜる（1 mg 又は 1 μL の試料を含む）．これらの調製した液を 35 ～ 37 ℃ で 18 ～ 24 時間培養した後，1 白金耳をとり，ブドウ糖添加 VRB カンテン培地上に塗抹し，35 ～ 37 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．赤又は赤味がかった集落が検出された場合，陽性と判定し，表 5.02－2 に従って菌数を求める．

表 5.02－2　定量試験判定基準

各試料溶液における結果			判定
0.1 g 又は 0.1 mL	0.01 g 又は 0.01 mL	1 mg 又は 1 μL	（cfu/ g又はmL）
＋	＋	＋	10^3 以上
＋	＋	－	10^2～10^3 未満
＋	－	－	10^1～10^2 未満
－	－	－	10^1 未満

（2）　大腸菌

（i）　定性試験

試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨン 90 mL を加え，振り混ぜて分散又は溶解した液 1 mL を 9 ～ 10 mL の EC 培地を入れた発酵試験管にとり，44.5±0.2 ℃ の恒温水槽中で 24±2 時間培養し，ガス発生が認められない場合は大腸菌陰性と判定する．ガス発生が認められたときは，ガス発生の発酵管から 1 白金耳を EMB カンテン培地上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．EMB カンテン培地で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びたグラム陰性菌の集落が見出されない場合は大腸菌陰性と判定する．上記の平板で大腸菌が疑われる集落については IMViC 試験（インドール産生試験，メチルレッド反応試験，フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験）を行い，パターンが「＋＋－－」又は「－＋－－」のものを大腸菌と判定する．また，大腸菌迅速同定用培地やキットの使用も可能である．

（ii）　定量試験

液体培地段階希釈法（最確数法）

定性試験で大腸菌の存在が認められた場合，9 ～ 10 mL の EC 培地を入れた発酵試験管を使用する．各希釈段階において 3 本の試験管を使用する．試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨン 90 mL を加え，振り混ぜて分散又は溶解し，最初の発酵試験管 3 本の各々に 1 mL の試料溶液（0.1 g 又は 0.1 mL の試料を含む）を加えて 10 倍希釈発酵試験管とする．次いでこの 10 倍希釈発酵試験管の各々から 1 mL をとり，3 本の発酵試験管の各々に混和し，100 倍希釈発酵試験管とする．更に，100 倍希釈発酵試験管の各々から 1 mL をとり，3 本の発酵試験管の各々に混和し，1000 倍希釈発酵試験管とする．対照として各希釈段階の希釈液 1 mL を 1 本の試験管にそれぞれ加える．これらの試験管は 44.5±0.2 ℃ の恒温水槽中で 24±2 時間培養し，ガス発生が認められた発酵管から 1 白金耳を EMB カンテン培地上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．EMB カンテン培地で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びたグラム陰性菌の集落の出現した発酵管数から，表 5.02－1 より最確数を求める．

（3）　サルモネラ

試料 10 g 又は 10 mL を量り，乳糖ブイヨン 90 mL を加え，振り混ぜて分散又は溶解し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 72 時間培養する．増殖が見られた場合は，培養液を軽く振った後，1 mL ずつを 10 mL のセレナイト・シスチン液体培地及びテトラチオネート液体培地に接種し，12 ～ 24 時間培養する．なお，セレナイト・シスチン培地に代えて，ラパポート液体培地を使用することができる．培養後，それぞれの液体培地からブリリアントグリンカンテン培地，XLD カンテン培地及び亜硫酸ビスマスカンテン培地のうちの少なくとも 2 種類以上の培地に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．表 5.02－3 に適合する集落が見出されない場合はサルモネラ陰性と判定する．表 5.02－3 に適合するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合は白金線を用いて TSI 斜面カンテン培地の深部と斜面に疑われる集落を接種し，35 ～ 37 ℃ で 18 ～ 24 時間培養する．サルモネラが存在する場合は深部が黄色となり，斜面部は赤色のまま変化しない．通常，深部でガスの産生が見られるが，硫化水素は産生される場合とされない場合がある．キット使用を含む更に詳細な生化学試験と血清学的試験を併用することで，サルモネラの同定，型別試験を必要に応じて実施する．

表 5.02－3　選択培地上におけるサルモネラの形態学的特徴

培　地	集落の特徴
ブリリアントグリンカンテン培地	小型で無色透明又は不透明で白色～桃色（しばしば周囲に桃色～赤色の帯が形成される）
XLD カンテン培地	赤色，中心部に黒点が現れる場合とそうでない場合がある．
亜硫酸ビスマスカンテン培地	黒色又は緑色

（4）　黄色ブドウ球菌

試料 10 g 又は 10 mL を量り，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又は抗菌性物質を含まない適当な培地 90 mL を加え，振り混ぜて分散又は溶解する．この試料を含む液体培地を 30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．培養後，1 mL を 9 mL の 7.5 % 食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地に加え 30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．増殖が見られた場合は，培養液から 1 白金

耳をフォーゲル・ジョンソンカンテン培地，ベアード・パーカーカンテン培地又はマンニット・食塩カンテン培地のいずれかの上に塗抹し，30 ～ 35 ℃ で 24 ～ 48 時間培養する．表 5.02－4 に示す特徴を持ったグラム陽性球菌が見出されない場合は黄色ブドウ球菌陰性と判定する．黄色ブドウ球菌が疑われる集落についてはコアグラーゼ試験を行う．哺乳類由来の 0.5 mL の血漿（ウサギ又はウマ由来のものが望ましい；適当な添加物が加えられたものでもよい）を含む試験管に白金耳などを使って疑われる集落を接種し，37±1 ℃ の恒温槽中で培養する．3 時間後に凝固の有無を調べ，その後，適当な時間ごとに 24 時間まで凝固の有無を調べる．コアグラーゼ反応陽性と陰性の対照についても同時に試験を行う．凝固が観察されない場合は，黄色ブドウ球菌陰性と判定する．

表 5.02－4　選択培地上における黄色ブドウ球菌の形態学的特徴

培　地	集落の特徴
フォーゲル・ジョンソンカンテン培地	黄色の帯に囲まれた黒色
ベアード・パーカーカンテン培地	透明な帯に囲まれた黒色，光沢あり
マンニット・食塩カンテン培地	黄色の帯に囲まれた黄色

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

試験には，表 5.02－5 に掲げられている菌株を規定された培地中で 30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間培養して使用する．次に，pH 7.0 のペプトン食塩緩衝液，pH 7.2 のリン酸緩衝液又はそれぞれの菌株で指定された培地などを用いて，1 mL 当たり約 1000 cfu の生菌を含む溶液を調製する．必要に応じて約 1000 cfu/mL の生菌を含む大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌の各 0.1 mL を混和して，試料の存在下，非存在下において，培地の有効性及び抗菌性物質の存在などを試験する．

表 5.02－5　培地の有効性確認と特定微生物試験法の検証のために使用される菌株と培地

微生物	菌株名	培　地
大腸菌	NBRC 3972，ATCC 8739，NCIMB 8545 若しくはこれらと同等の菌株	乳糖ブイヨン
サルモネラ	特定せず*	乳糖ブイヨン
黄色ブドウ球菌	NBRC 13276，ATCC 6538，NCIMB 9518 若しくはこれらと同等の菌株	ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

* サルモネラの場合，非病原性又は病原性の弱い菌株が望ましい．*Salmonella* typhi は使用しないほうがよい．

再 試 験

不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は，試料量を最初の試験の 2.5 倍を使って再試験を行う．方法は最初の試験法と同じであるが，試料の増加に比例して，培地などの量を増加させて行う．

3．緩衝液，培地と試薬

微生物限度試験用の緩衝液，培地と試薬を以下に掲げる．他の培地でも類似の栄養成分を含み，かつ試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない．

（1） 緩衝液

（i） リン酸緩衝液，pH 7.2

保存溶液：リン酸二水素カリウム 34 g を水約 500 mL に溶かす．水酸化ナトリウム試液約 175 mL を加え，pH 7.1 ～ 7.3 に調整し，水を加えて 1000 mL とし，保存溶液とする．高圧蒸気滅菌後，冷所で保存する．用時，保存溶液を 800 倍に希釈し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間滅菌して用いる．

（ii） ペプトン食塩緩衝液，pH 7.0

リン酸二水素カリウム	3.56 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	18.23 g
塩化ナトリウム	4.30 g
ペプトン	1.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.9 ～ 7.1，0.1 ～ 1.0 w/v% のポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 を添加しても差し支えない．

（2） 培地

（i） ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0 g
ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.3.

（ii） ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.5.

（iii） 抗生物質添加サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ペプトン（肉製及びカゼイン製）	10.0 g
ブドウ糖	40.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 5.4 ～ 5.8．使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい．

（iv） 抗生物質添加ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g

水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 5.4 ～ 5.8．使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい．

（v） 抗生物質添加 GP（グルコース・ペプトン）カンテン培地

ブドウ糖	20.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
ペプトン	5.0 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 5.6 ～ 5.8．使用直前に培地 1 L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10 g とテトラサイクリン 0.10 g を滅菌溶液として加える．ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1 L 当たりクロラムフェニコール 50 mg を加えてもよい．

（vi） 乳糖ブイヨン

肉エキス	3.0 g
ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.7 ～ 7.1．滅菌後はできるだけ速やかに冷却する．

（vii） EC 培地

ペプトン	20.0 g
乳糖一水和物	5.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
リン酸水素二カリウム	4.0 g
リン酸二水素カリウム	1.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.8 ～ 7.0．滅菌後はできるだけ速やかに冷却する．冷却後もダーラム管中に気泡が残っている試験管は使用しない．

（viii） EMB（エオシンメチレンブルー）カンテン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
リン酸水素二カリウム	2.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
カンテン	15.0 g
エオシン Y	0.40 g
メチレンブルー	0.065 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.9 ～ 7.3.

（ix） モーゼル腸内細菌増菌ブイヨン培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
ブドウ糖	5.0 g
乾燥した牛胆汁	20.0 g
リン酸二水素カリウム	2.0 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	8.0 g
ブリリアントグリン	0.015 g
水	1000 mL

全成分を混和し，100 ℃ で 30 分間加熱後，速やかに冷却する．加熱後の pH 7.0 ～ 7.4.

（x） ブドウ糖添加 VRB（バイオレット・レッド・胆汁酸）カンテン培地

酵母エキス	3.0 g
ゼラチン製ペプトン	7.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
乳糖一水和物	10.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
ブドウ糖	10.0 g
カンテン	15.0 g
ニュートラルレッド	0.030 g
クリスタルバイオレット	0.002 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後の pH 7.2 ～ 7.6．高圧蒸気滅菌してはならない．

（xi） セレナイト・シスチン液体培地

ゼラチン製ペプトン	5.0 g
乳糖一水和物	4.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	10.0 g
亜セレン酸ナトリウム	4.0 g
L-シスチン	0.010 g
水	1000 mL

全成分を混和し，加温して溶かす．最終の pH 6.8 ～ 7.2．滅菌してはならない．

（xii） テトラチオネート液体培地

カゼイン製ペプトン	2.5 g
肉製ペプトン	2.5 g
デソキシコール酸ナトリウム	1.0 g
炭酸カルシウム	10.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	30.0 g
水	1000 mL

固体を含む上記溶液を煮沸する．使用当日に水 20 mL にヨウ化カリウム 5 g 及びヨウ素 6 g を溶かした液を加える．更に滅菌ブリリアントグリン溶液（1 → 1000）10 mL を加え，混和する．その後は培地に熱を加えてはならない．

（xiii） ラパポート液体培地

ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
リン酸二水素カリウム	1.6 g
マラカイトグリーンシュウ酸塩	0.12 g
塩化マグネシウム六水和物	40.0 g
水	1000 mL

マラカイトグリーンシュウ酸塩と塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ別々に水に溶かして，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後，混和して使用する．最終の pH 5.4 ～ 5.8.

(xiv) ブリリアントグリンカンテン培地

ペプトン（肉製及びカゼイン製）	10.0 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
フェノールレッド	0.080 g
ブリリアントグリン	0.0125 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，1 分間煮沸する．使用直前に 121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.7 ～ 7.1．約 50 ℃ に冷却してペトリ皿に分注する．

(xv) XLD（キシロース・リジン・デソキシコール酸）カンテン培地

D-キシロース	3.5 g
塩酸 L-リジン	5.0 g
乳糖一水和物	7.5 g
白糖	7.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
酵母エキス	3.0 g
フェノールレッド	0.080 g
デソキシコール酸ナトリウム	2.5 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	6.8 g
クエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)	0.80 g
カンテン	13.5 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後の pH 7.2 ～ 7.6．高圧蒸気滅菌してはならない．過剰な加熱は避ける．煮沸後，約 50 ℃ に冷却してペトリ皿に分注する．

(xvi) 亜硫酸ビスマスカンテン培地

肉エキス	5.0 g
カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
ブドウ糖	5.0 g
リン酸三ナトリウム十二水和物	4.0 g
硫酸鉄(Ⅱ)七水和物	0.30 g
亜硫酸ビスマス・インジケーター	8.0 g
ブリリアントグリン	0.025 g
カンテン	20.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かす．煮沸後の pH 7.4 ～ 7.8．高圧蒸気滅菌をしてはならない．過剰な加熱は避ける．煮沸後，約 50 ℃ に冷却して，ペトリ皿に分注する．

(xvii) TSI（トリプルシュガーアイアン）カンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉製ペプトン	10.0 g
乳糖一水和物	10.0 g
白糖	10.0 g
ブドウ糖	1.0 g
硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物	0.20 g
塩化ナトリウム	5.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.20 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	13.0 g
水	1000 mL

全成分を混和して，煮沸して溶かした後，小試験管に分注して 121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.5．斜面カンテン培地として使用する．なお，上記の組合わせに加えて，肉エキスや酵母エキス 3 g を含むものや，硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物の代わりにクエン酸アンモニウム鉄(Ⅲ)を含むものも使用して差し支えない．

(xviii) 7.5 % 食塩加ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン	17.0 g
ダイズ製ペプトン	3.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1000 mL

（ii）ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地（5 g 塩化ナトリウム含有）に塩化ナトリウム 70.0 g を加え，全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.1 ～ 7.5．

(xix) フォーゲル・ジョンソンカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
酵母エキス	5.0 g
D-マンニトール	10.0 g
リン酸水素二カリウム	5.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	10.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	16.0 g
水	1000 mL

全成分を混和した後，1 分間煮沸して溶かす．121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌後，45 ～ 50 ℃ に冷却する．滅菌後の pH 7.0 ～ 7.4．これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液（1→100）20 mL を加えて混和する．

(xx) ベアード・パーカーカンテン培地

カゼイン製ペプトン	10.0 g
肉エキス	5.0 g
酵母エキス	1.0 g
塩化リチウム	5.0 g
グリシン	12.0 g
焦性ブドウ酸ナトリウム	10.0 g
カンテン	20.0 g
水	950 mL

全成分を混和し，時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸する．121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌した後，45 ～ 50 ℃ に冷却する．滅菌後の pH 6.6 ～ 7.0．これに滅菌亜テルル酸カリウム溶液（1 → 100）10 mL と卵黄乳濁液 50 mL を加えて緩やかに混和した後，ペトリ皿に分注する．卵黄乳濁液は卵黄約 30 %，生理食塩液約 70 % の割合で混和して調製する．

(xxi) マンニット・食塩カンテン培地

カゼイン製ペプトン	5.0 g
肉製ペプトン	5.0 g
肉エキス	1.0 g

D-マンニトール	10.0 g
塩化ナトリウム	75.0 g
フェノールレッド	0.025 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，時々激しく振り混ぜながら加熱し，1 分間煮沸した後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.2 ～ 7.6.

（3） 試薬・試液

（i） アムホテリシン B 試液　アムホテリシン B 粉末 22.5 mg を滅菌精製水 9 mL に溶かす．

アムホテリシン B 粉末　アムホテリシン B にデオキシコール酸ナトリウムが添加され γ 線滅菌されたもの．

（ii） 胆汁酸塩　動物の乾燥胆汁より製した黄褐色の粉末で，タウロコール酸ナトリウムやグリココール酸ナトリウムからなり，コール酸として 45 % 以上を含む．5 % 水溶液の pH は 5.5 ～ 7.5 の範囲にある．

（iii） TTC 試液（2,3,5-トリフェニル-2*H*-テトラゾリウム塩酸塩試液） 2,3,5-トリフェニル-2*H*-テトラゾリウム塩酸塩 0.8 g を水に溶かし 100 mL とする．小試験管などに小分けした後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．遮光して保存する．

（iv） ローズベンガル試液　ローズベンガル 1 g を水に溶かし 100 mL とする．

ローズベンガル　$C_{20}H_2Cl_4I_4Na_2O_5$〔特級〕赤褐色の粉末で，水に溶けて紫赤色を示す．

（4） 調製

（i） TTC 添加カンテン培地の調製　滅菌したカンテン培地 1 L 当たり TTC 試液 2.5 ～ 5 mL（20 ～ 40 mg/L）を使用直前に添加し，混和する．

（ii） アムホテリシン B 添加カンテン培地の調製　121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌したカンテン培地 1 L 当たりアムホテリシン B 試液 2 mL（5 mg/L）を使用直前に添加し，混和する．

（iii） ローズベンガル試液添加カンテン培地の調製　カンテン培地 1 L 当たりローズベンガル試液 5 mL（50 mg/L）を添加し，混和後，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．

6. 製剤試験法

6.01　眼軟膏剤の金属性異物試験法

眼軟膏剤の金属性異物試験法は，製剤総則中の眼軟膏剤の金属性異物を試験する方法である．

試料の調製

本剤 10 個をとり，できるだけ清潔な場所で，内容量が 5 g 未満の場合には全量をなるべく完全に取り出し，5 g 以上の場合には 5 g をとり，それぞれ直径 60 mm の平底ペトリ皿に入れる．平底ペトリ皿にふたをして，85 ～ 110 ℃ で 2 時間加熱して基剤を完全に溶かす．揺り動かさないように注意しながら室温で放置して固まらせる．

操 作 法

平底ペトリ皿を反転し，平底ペトリ皿の底の金属性異物をミクロメーターの付いた 40 倍以上の倍率の顕微鏡で観測する．光源は上方 45° の角度より照射し，それぞれの平底ペトリ皿につき，50 μm 以上の金属性異物の数を数える．

注意：試験に用いる平底ペトリ皿は，泡，きずなどがなく，内面の周縁と底面の角度がなるべく直角のものを用いる．

6.02　製剤均一性試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

製剤均一性試験法とは，個々の製剤の間での有効成分含量の均一性の程度を示すための試験法である．したがって，本試験は，別に規定される場合を除き，単剤又は配合剤に含まれる個々の有効成分に対して適用される．

錠剤，カプセル剤，散剤又は顆粒剤の分包品，アンプル入り注射剤等は，個々の製剤中に有効成分の 1 回服用量あるいは複数個で 1 回用量になるように有効成分を含有している．そのような製剤の有効成分の含量の均一性を保証するには，ロット内の個々の製剤中の有効成分量が，表示量を中心とした狭い範囲内にあることを確認する必要がある．ただし，懸濁剤，乳剤又はゲルからなる外用の皮膚適用製剤へは本試験を適用しない．

製剤含量の均一性は，表 6.02－1 に示したように含量均一性試験又は質量偏差試験のいずれかの方法で試験される．含量均一性試験は，製剤個々の有効成分の含量を測定し，それぞれの成分の含量が許容域内にあるかどうかを確認する試験で，すべての製剤に適用できる．

質量偏差試験は次の製剤に適用できる．

（1）◆成分が完全に溶解した◆液を個別容器に封入した製剤（軟カプセルを含む）．

（2） 他の有効成分及び添加剤を含まず，単一の成分のみからなる散剤，顆粒及び用時溶解の注射剤等の固形製剤を個別容器に封入したもの．

（3）◆成分が完全に溶解した◆液を，最終容器内で凍結乾燥することにより製した用時溶解の注射剤等の固形製剤で，その調製法がラベル又は添付文書に記載されているもの．

（4） 硬カプセル，素錠又はフィルムコーティング錠で，有効成分含量が 25 mg 以上で，かつ製剤中の有効成分の割合が質量比で 25 % 以上のもの．◆ただし，有効成分を含まない部分（コーティング部，カプセル殻など）を除いて計算する．◆ 25 % より低い成分がある場合，その成分は含量均一性で試験する．

上記の条件を満たさない製剤は，含量均一性で試験する．ただし，（4）に示された製剤で，25 mg / 25 % の閾値に達しなかった場合でも，製造工程のバリデーション及び製剤開発のデータから最終製剤の有効成分の濃度の相対標準偏差（RSD）が 2 % 以下であることが示され，試験法の変更が認められた場合には，質量偏差試験を適用できる．有効成分濃度 RSD は，個々の製剤に対する有効成分濃度（w/w，w/v）の RSD で，個々の製剤中の有効成分含量を製剤質量で除することにより求

められる．RSD の一般式は表 6.02－2 を参照．

1．含量均一性試験

試料 30 個以上をとり，下記に示す方法に従って試験する．定量法と含量均一性試験とで異なる測定法を用いた場合には，補正係数が必要となる場合もある．

固形製剤　試料 10 個について個々の製剤中の有効成分含量を適切な方法で測定し，表 6.02－2 を参照して判定値を計算する．

液剤　試料 10 個について，個々の容器から通常の使用法に従ってよく混合した内容物を取り出し，有効成分含量を測定し，表 6.02－2 を参照して判定値を計算する．

判定値の計算

次の式に従って判定値を計算する．

$$|M - \overline{X}| + ks$$

記号は表 6.02－2 で定義される．

2．質量偏差試験

◆本試験は，有効成分濃度（有効成分質量を製剤質量で割ったもの）が均一であるという仮定で行われる試験である．◆

適当な方法によりロットを代表する試料について測定し，有効成分の平均含量を求める．この値を A とし，判定値の計算の項で示したように，表示量に対する % として表す．試料 30 個以上をとり，下記に示す方法に従って試験する．

素錠又はフィルムコーティング錠　試料 10 個について個々の質量を精密に量り，定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する % で表す．判定値を計算する．

硬カプセル　試料 10 個について，試料と質量の対応性に留意しながら，個々の質量をカプセルごと精密に量る．カプセルから内容物を適切な方法で除去し，個々の空のカプセルの質量を精密に量る．個々の試料の質量から対応する空のカプセルの質量を差し引いて，それぞれの試料の内容物の質量を求める．内容物の質量と定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する % で表す．判定値を計算する．

軟カプセル　試料 10 個について，試料と質量の対応性に留意しながら，個々の質量をカプセルごと精密に量る．カプセルを切り開き，内容物を適当な溶媒で洗い出す．室温に約 30 分間放置し，残存している溶媒を蒸発させて除去する．このとき，カプセルが吸湿又は乾燥することを避けなければならない．個々の空カプセルの質量を精密に量り，個々の試料の質量から対応する空カプセルの質量を差し引いて，内容物の質量を求める．内容物の質量と定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する % で表す．判定値を計算する．

錠剤とカプセル剤以外の固形製剤　「硬カプセル」の項に記載された方法と同様に個々の製剤を処理する．判定値を計算する．

液剤　試料 10 個について，内容液の質量又は容量と定量法により求めた平均含量から，計算により個々の試料の含量推定値を求め，表示量に対する % で表す．判定値を計算する．

判定値の計算

「含量均一性試験」の項に従って判定値を計算する．ただし，◆$\overline{X}$ は A◆に，また個々の試料の有効成分含量は下記に示した有効成分含量の推定値に置き換える．

$x_1, x_2, \cdots, x_n$：試料 1 個に含まれる有効成分含量の推定値

$$x_i = w_i \times \frac{A}{\overline{W}}$$

$w_1, w_2, \cdots, w_n$：試験した個々の試料の質量

A：適当な方法で測定して求めた有効成分含量（表示量に対する %）

$\overline{W}$：個々の質量（$w_1, w_2, \cdots, w_n$）の平均値

3．判定基準

別に規定するもののほか，次の判定基準を適用する．

固形製剤及び液剤　初めの試料 10 個について判定値を計算し，その値が L 1 % を超えないときは適合とする．もし判定値が L 1 % を超えるときは，更に残りの試料 20 個について同様に試験を行い，判定値を計算する．2 回の試験を併せた

表 6.02－1　含量均一性試験及び質量偏差試験の各製剤への適用

剤　形	タイプ	サブタイプ	含量/有効成分濃度	
			25 mg 以上 かつ 25 % 以上	25 mg 未満 又は 25 % 未満
錠剤	素錠		MV	CU
	コーティング錠	フィルムコーティング錠	MV	CU
		その他	CU	CU
カプセル剤	硬カプセル		MV	CU
	軟カプセル	懸濁剤，乳化剤，ゲル	CU	CU
		液剤	MV	MV
個別容器に入った固形製剤◆(分包品，凍結乾燥製剤等)◆	単一組成		MV	MV
	混合物	最終容器内で溶液を凍結乾燥した製剤	MV	MV
		その他	CU	CU
個別容器に入った製剤◆(完全に溶解した液)◆			MV	MV
その他			CU	CU

CU：含量均一性試験，MV：質量偏差試験

表 6.02－2

変　数	定　義	条　件	値
$\overline{X}$	表示量に対する % で表した個々の含量の平均 ($x_1, x_2, \cdots, x_n$)		
$x_1, x_2, \cdots, x_n$	試験した個々の試料に含まれる有効成分含量 (表示量に対する %)		
n	試料数（試験した試料の全個数）		
k	判定係数	試料数 n が 10 のとき	2.4
		試料数 n が 30 のとき	2.0
s	標準偏差		$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \overline{X})^2}{n - 1}}$
RSD	相対標準偏差 (平均値に対し，% で表した標準偏差)		$\frac{100s}{\overline{X}}$
M(ケース 1) $T \leqq 101.5$ の場合に適用	基準値	$98.5\ \% \leqq \overline{X} \leqq 101.5\ \%$	$M = \overline{X}$ ($AV = ks$)
		$\overline{X} < 98.5\ \%$	$M = 98.5\ \%$ ($AV = 98.5 - \overline{X} + ks$)
		$\overline{X} > 101.5\ \%$	$M = 101.5\ \%$ ($AV = \overline{X} - 101.5 + ks$)
M(ケース 2) $T > 101.5$ の場合に適用	基準値	$98.5\ \% \leqq \overline{X} \leqq T$	$M = \overline{X}$ ($AV = ks$)
		$\overline{X} < 98.5\ \%$	$M = 98.5\ \%$ ($AV = 98.5 - \overline{X} + ks$)
		$\overline{X} > T$	$M = T\ \%$ ($AV = \overline{X} - T + ks$)
判定値（AV）			一般式：$\lvert M - \overline{X} \rvert + ks$ (種々の場合の計算は上に示した)
L 1	判定値の最大許容限度値		L 1 = 15.0 他に規定する場合を除く．
L 2	個々の含量の M からの最大許容偏差	個々の含量の下限値は 0.75 M，上限値は 1.25 M (L 2 = 25.0 とする)	L 2 = 25.0 他に規定する場合を除く．
T	目標含量．各条で別に規定する場合を除き， T は 100.0 % とする．		

30 個の試料の判定値が L 1 % を超えず，かつ個々の製剤の含量が，含量均一性試験又は質量偏差試験の「判定値の計算」の項で示した $(1 - L\ 2 \times 0.01)M$ 以上で，かつ $(1 + L\ 2 \times 0.01)M$ を超えるものがないときは適合とする．別に規定するもののほか，L 1 を 15.0，L 2 を 25.0 とする．

6.03　製剤の粒度の試験法

製剤の粒度の試験法は，製剤総則中の製剤の粒度の規定を試験する方法である．

操 作 法

（1）　顆粒剤

本剤は，10 号（1700 μm），12 号（1400 μm）及び 42 号（355 μm）ふるいを用いて試験を行う．ただし，本試験法に用いるふるいの枠の内径は 75 mm とする．

本剤 20.0 g を正確に量り，前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ，上ふたをした後，3 分間水平に揺り動かしながら，時々軽くたたいてふるった後，各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る．

（2）　散剤

本剤は，18 号（850 μm），30 号（500 μm）及び 200 号（75 μm）のふるいを用いて試験を行う．ただし，この試験に用いるふるいの枠の内径は 75 mm とする．

本剤 10.0 g を正確に量り，前記のふるい及び受器を重ね合わせた用器の上段のふるいに入れ，上ふたをした後，3 分間水平に揺り動かしながら，時々軽くたたいてふるった後，各々のふるい及び受器の残留物の質量を量る．

6.04　制酸力試験法

制酸力試験法は，胃において酸と反応し，制酸作用を発現する医薬品原体及び製剤の制酸力を求める試験法である．次の方法により試験を行うとき，原体は，その 1 g に対応する 0.1 mol/L 塩酸の消費量（mL）で示し，製剤は，用法及び用量の

1 日服用量（1 日服用量に幅がある場合には最小の 1 日服用量をいう）に対応する 0.1 mol/L 塩酸の消費量（mL）で示す．

試料の調製

原体及び製剤総則散剤の規定に適合する固体製剤は，そのまま試料とする．ただし，分包されているものは，その 20 包以上をとり，その内容物質量を精密に量り，1 日服用量当たりの内容物の平均質量を算出し，均一に混合して試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されている顆粒剤などは，その 20 包以上をとり，その内容物の質量を精密に量り，1 日服用量当たりの平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されていない顆粒剤などは，その 20 回服用量以上をとり，粉末とし，試料とする．カプセル剤，錠剤などは，その 20 回服用量以上をとり，その質量を精密に量り，1 日服用量当たりの内容物の平均質量，又は平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．

液体製剤は，よく振り混ぜ，試料とする．

操 作 法

計算式で a の量が 20 ～ 30 mL になる量の試料をとり，試験を行う．

原体又は固体製剤の試料を精密に量り，200 mL の共栓フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え，密栓して 37±2℃ で 1 時間振り混ぜた後，ろ過する．ただし，0.1 mol/L 塩酸を加える際にガスが発生する場合には注意して加え，密栓する．冷後，必要ならば再びろ過する．ろ液 50 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（pH 測定法〈*2.54*〉，終点 pH 3.5）．同様の方法で空試験を行う．

液体製剤は，試料を正確に量り，100 mL のメスフラスコに入れ，水を加えて 45 mL とし，振り混ぜながら 0.2 mol/L 塩酸 50 mL を正確に加え，次に水を加えて 100 mL とする．これを 200 mL の共栓フラスコに移し，残留物は水 20.0 mL で洗い込み，密栓して 37±2℃ で 1 時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 60 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（pH 測定法〈*2.54*〉，終点 pH 3.5）．同様の方法で空試験を行う．

制酸力（0.1 mol/L 塩酸消費量/1 g 又は 1 日服用量）(mL)

$$= (b - a)\, f \times 2 \times t / s$$

a：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

b：空試験における 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

f：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

t：原体は 1000 mg，製剤は 1 日服用量（固体製剤の場合 mg，液体製剤の場合 mL）

s：試料の量（原体及び固体製剤は mg，液体製剤は mL）

6.05 注射剤の採取容量試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

◆注射剤の採取容量試験法は，表示量よりやや過剰に採取できる量が容器に充てんされていることを確認する試験法である．アンプル，プラスチックバッグなどの単回投与容器又は分割投与容器で提供される注射剤は，通常，表示量を投与するのに十分な量の注射液で充てんされており，過量は，製品の特性に応じて決まる．◆

懸濁性注射剤及び乳濁性注射剤では，内容物を採取する前及び密度を測定する前に振り混ぜる．油性注射剤及び粘性を有する注射剤では，必要ならば表示された方法に従って加温し，内容物を移し替える直前に振り混ぜてもよい．測定は，20 ～ 25℃ に冷やした後に行う．

（1） 単回投与注射剤

表示量が，10 mL 以上の場合は 1 個，3 mL を超え 10 mL 未満の場合は 3 個，3 mL 以下の場合は 5 個をとり，個々の容器ごとに全内容物を採取する．採取には 2.5 cm 以上の長さの 21 ゲージ針を取り付けた，測定しようとする容量の 3 倍を超えない容量の乾燥した注射筒を用いる．注射筒及び注射針内から気泡を排出した後，注射筒の全内容物を，注射針の中が空にならないように受用メスシリンダー中に排出し，容量を測定する．この代わりに，内容物の質量（g）を密度で除して容量（mL）に換算してもよい．受用メスシリンダーには測定しようとする容量が 40 % 以上となる乾燥したメスシリンダーを用いる．なお，表示量が 2 mL 以下の場合は適切な数の容器をとり，各容器について別々の乾燥した注射筒を用いて全内容物を採取し，それらを合わせて容量を測定してもよい．10 mL 以上の場合は，開封し，全内容物を直接受用メスシリンダー又は質量既知のビーカーへ入れて測定してもよい．

個々の製剤の採取容量は表示量以上である．表示量が 2 mL 以下の場合で複数個の内容物を合わせて測定したときは，採取容量は表示量の合計以上である．

（2） 分割投与注射剤

1 回の投与量と投与回数が表示されている分割投与注射剤では，1 個をとり，規定された投与回数と同数の別々の乾燥した注射筒を用いて内容物を採取し，単回投与注射剤の方法に従って操作する．

各注射筒から得られる採取容量は表示された 1 回の投与量以上である．

（3） カートリッジ又は注射筒に充てんされた注射剤

表示量が，10 mL 以上の場合は 1 個，3 mL を超え 10 mL 未満の場合は 3 個，3 mL 以下の場合は 5 個をとり，付属の注射針，押し子，注射筒などがある場合にはそれらを装着し，各容器の全内容物を，注射針の中が空にならないようにして，ゆっくりと一定速度で押し子を押しながら質量既知の乾いたビーカーへ排出する．内容物の質量（g）を密度で除して容量（mL）を求める．

個々の製剤の採取容量は表示量以上である．

（4） 輸液用注射剤

容器 1 個をとり，測定しようとする容量が 40 % 以上となる乾燥したメスシリンダー中に全内容物を排出し，容量を測定する．

製剤の採取容量は表示量以上である．

6.06　注射剤の不溶性異物検査法

注射剤の不溶性異物検査法は，注射剤中の不溶性異物の有無を調べる検査法である．

第１法　溶液である注射剤及び用時溶解して用いる注射剤の溶剤はこの方法による．

容器の外部を清浄にし，白色光源の直下，約 1000 lx の明るさの位置で，肉眼で観察するとき，澄明で，たやすく検出される不溶性異物を認めてはならない．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を用いた注射剤にあっては，上部及び下部に白色光源を用いて 8000 ～ 10000 lx の明るさの位置で，肉眼で観察するものとする．

第２法　用時溶解して用いる注射剤はこの方法による．

容器の外部を清浄にし，異物が混入しないよう十分に注意して添付の溶剤又は注射用水を用いて溶解し，白色光源の直下，約 1000 lx の明るさの位置で，肉眼で観察するとき，澄明で，明らかに認められる不溶性異物を含んではならない．

6.07　注射剤の不溶性微粒子試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

注射剤及び輸液中の不溶性微粒子試験法は，混在してはならない不溶性微粒子を試験する方法であり，第 1 法（光遮蔽粒子計数法）又は第 2 法（顕微鏡粒子計数法）で試験する．第 1 法での試験を優先するが，場合によってはまず第 2 法で試験し，次に第 1 法で試験する必要がある．すべての注射剤が両法で試験できるとは限らず，透明性が低いあるいは粘性の高い乳剤，コロイド，リポソーム，センサー内で気泡を生じる注射剤など，第 1 法で試験できない場合は第 2 法で試験する．注射剤の粘度が高く試験に支障をきたす場合は，必要に応じて適当な液で希釈し，粘度を下げて試験する．

本試験は一部のサンプルを対象として行われる抜取試験であるため，母集団の微粒子数を正しく推定するには，統計学的に適切なサンプリング計画の下で試験が行われなければならない．

第１法　光遮蔽粒子計数法

装　置

微粒子の粒径及び各粒径の粒子数を自動的に測定できる光遮蔽原理に基づいた装置を用いる．◆校正，試料容量精度，試料流量及び計数精度の検証を少なくとも 1 年 1 回以上行うことが必要である．◆

◆校　正

校正用粒子は，少なくとも粒径が 5 μm，10 μm 及び 25 μm の真球状のポリスチレン系の単分散粒子（PSL 粒子）を用いて粒径感度測定を行う．PSL 粒子は，国内又は国際的な長さのトレーサビリティを持ち，不確かさが 3 % 以内とする．校正用粒子は「微粒子試験用精製水」に分散させる．

手 動 法

装置自身を用い，閾値設定チャンネルを少なくとも 3 チャンネル用いて，ウィンドー移動式ハーフカウント法で粒子感度の測定を行う．ウィンドーは測定粒径の±20 % とする．指定の粒径の粒子感度測定終了後，粒子感度測定点から製造会社の指定する方法により粒径応答曲線を作成し，装置の 5 μm，10 μm 及び 25 μm の閾値を求める．

電 気 法

多チャンネル波高分析装置を用い，手動法と同じウィンドー移動式ハーフカウント法で粒子感度の測定を行い，製造会社の指定する方法により粒子感度測定点より粒径応答曲線を作成し，装置の 5 μm，10 μm 及び 25 μm の閾値を求める．この場合，製造会社又はユーザーは，手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない．

自 動 法

装置の粒径応答曲線は，装置の製造会社が供給するソフトウェア又はユーザーが作成したソフトウェアを用いて求めてもよいが，製造会社又はユーザーは，手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない．

試料容量

試料容量精度は，試験液 10 mL を測定し，試験液の減少を質量法で測定した場合に測定容量の 5 % 以内とする．

試料流量

センサーに導入する試料の流量は，測定容量と測定時間から算出し，製造会社の指定流量の範囲であることを確認する．

センサー

微粒子検出センサーの計数率及び粒径分解能は，同一型式のセンサーであっても部品精度，組立精度により個々のセンサーによって変わる可能性がある．また，閾値精度も確認する必要があるので，計数参照標準溶液（10 μm PSL 粒子，1000 個/mL±10 % ，CV 値 5 % 以下）を用いて，粒径分解能，計数率及び閾値設定精度を試験する．

なお，測定中は試料の濃度を均一にするためかき混ぜる．

粒径分解能

1. 装置の計数値から作成したヒストグラムの広がりを求める手動法
2. 装置の応答信号を多チャンネル波高分析機を用いて分級し，そのヒストグラムの広がりを求める電気法
3. 製造会社又はユーザーが作成したソフトウェアを用いて試験粒子の応答信号のヒストグラムの広がりを求める自動法のいずれかの方法を用いて測定し，試験粒径と総計数の 16 % 及び 84 % 計数する閾値粒径との差が 10 % 以内であること．ただし，電気法及び自動法は手動法と同じ結果が得られることを検証しなければならない．

計 数 率

5 μm 以上の計数値から 1 mL 当たり 763 ～ 1155 個であること．

閾値精度

5 μm 以上の計数値の 50 % 計数する閾値粒径が試験粒子の平均粒径の±5 % 以内であること．

試　薬

微粒子試験用精製水：自動微粒子測定装置を用いて測定した不溶性微粒子数は，10 mL 中 10 μm 以上 5 個以下，25 μm 以上 2 個以下の精製水を用いる．◆

一般注意事項

試験は外部から微粒子が混入しない条件下，できればクリーンキャビネット中で行う．

メンブランフィルター以外のろ過器具及びガラス器具は，加温した洗剤液で十分に洗浄した後，水でよくゆすいで洗剤が残

らないようにする．また，使用直前に微粒子試験用精製水で器具の内外をよく洗浄する．試験注射液の一部を，測定用容器に移すときには気泡が入らないように特に注意する．

ガラス器具は清潔か，微粒子試験用精製水の微粒子数は規定以下であるかなど，5 mL の微粒子試験用精製水を用いて下記の操作を行い，試験環境が適切かどうかを検査する．測定は 5 回行い，10 μm 以上の微粒子数が 25 mL 中，25 個を超える場合は，試験環境は適切でないと判断する．この場合，試験環境が適切となるまで，微粒子試験用精製水を再検査すると共に，ガラス器具及びろ過器具の洗浄を繰り返す．

操 作 法

容器を 20 回連続して，ゆっくり上下に反転させ内容物を混和する．容器に封がしてある場合は注意して剥がす．容器開口部の外表面を微粒子試験用精製水で洗浄し，内部が汚染されないよう注意して栓を開ける．容器は 2 分間放置するか，超音波照射して，内部溶液の気泡を除く．

25 mL 以上の注射剤は個々の容器について試験する．25 mL 未満の注射剤は 10 個以上の容器内容物を集め，清潔な容器にまとめて入れ，25 mL 以上となるようにする．適当と判断できれば，微粒子試験用精製水で希釈し，25 mL としてもよい．微粒子試験用精製水が適当でない場合，微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる．

粉末注射剤の場合，微粒子試験用精製水に溶解する．微粒子試験用精製水が適当でない場合，微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる．

試料数は統計的に適切な数とする．25 mL 以上の注射剤については適切なサンプリング計画に従った 10 容器以下でよい．

5 mL 以上の試験液を 4 画分，正確に量り，10 μm 以上及び 25 μm の微粒子数を計測する．最初の画分の計測値は棄却し，残りの計測値から試験製剤の平均微粒子数を計算する．

判　定

平均微粒子数が下記に規定する値のときは適合とする．規格値を超えたときは，第 2 法で試験する．

A：表示量が 100 mL ◆以上◆の注射剤

1 mL 当たり 10 μm 以上のもの 25 個以下，25 μm 以上のもの 3 個以下．

B：表示量が 100 mL 未満の注射剤

容器当たり 10 μm 以上のもの 6000 個以下，25 μm 以上のもの 600 個以下．

第 2 法　顕微鏡粒子計数法

装　置

双眼顕微鏡，微粒子捕集用ろ過器及びメンブランフィルターを用いる．

顕微鏡は，対物測微計で検定した接眼測微計，メンブランフィルターを保持し，ろ過部位のすべてを動かすことのできる可動ステージ，照明装置を備えたもので，100 ± 10 倍に調節する．接眼測微計は円形直径目盛り付きレンズ（図 6.07－1）で，十字線で四分円に分けられた円視野目盛り領域（GFOV）と呼ばれる大円，100 倍倍率で直径 10 μm 及び 25 μm の透明及び黒色の参照円，及び 10 μm 刻みの直線目盛りからなる．国内又は国際的な規格機関によって保証されたステージ測微計を用いて検定するとき，直線目盛の相対誤差は ± 2 % 以内である．

照明装置：二つの照明器を備えており，一つは顕微鏡内の上部からの視野照射，他は外部からの焦点可動補助照明器で 10 ～ 20° 斜角照射ができる．

微粒子捕集用ろ過器：ガラス又は試験に支障をきたさない材質で製したフィルターホルダーとメンブランフィルターから構成され，吸引装置を備えている．メンブランフィルターは適当なサイズの，黒色又は灰色でかつ格子付き又は格子付きでないもので，孔径は 1.0 μm 以下である．

一般注意事項

試験は外部から微粒子が混入しない条件下，できればクリーンキャビネット中で行う．

ガラス器具及びメンブランフィルター以外のろ過器具は，加温した洗剤液で十分に洗浄した後，水でよくゆすいで洗剤が残らないようにする．また，使用直前に微粒子試験用精製水で器具の内外をよく洗浄する．試験注射液の一部を，測定用容器に移すときには気泡が入らないように特に注意する．

ガラス器具は清潔か，微粒子試験用精製水の微粒子数は規定以下であるかなど，5 mL の微粒子試験用精製水を用いて下記の操作を行い，試験環境が適切かどうかを検査する．測定は 5 回行い，10 μm 以上の微粒子数が 25 mL 中，25 個を超える場合は，試験環境は適切でないと判断する．この場合，試験環境が適切となるまで，微粒子試験用精製水を再検査すると共に，ガラス器具及びろ過器具の洗浄を繰り返す．

操 作 法

容器を 20 回連続して，ゆっくり上下に反転させ内容物を混和する．容器に封がしてある場合は注意して剥がす．容器開口部の外表面を微粒子試験用精製水で洗浄し，内部が汚染されないよう注意して栓を開ける．

25 mL 以上の製剤は個々の容器について試験する．25 mL 未満の製剤は 10 個以上の容器内容物を集め，別の清潔な容器に移す．適当と判断できれば，微粒子試験用精製水で希釈し，25 mL としてもよい．微粒子試験用精製水が適当でない場合，微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる．

粉末注射剤の場合，微粒子試験用精製水に溶解する．微粒子試験用精製水が適当でない場合，微粒子が混入していない他の適当な溶剤を用いることができる．

試料数は統計的に適切な数とする．25 mL 以上の注射剤については適切なサンプリング計画に従った 10 容器以下でよい．

フィルターホルダーにメンブランフィルターを取り付け，ホルダー内部を数 mL の微粒子試験用精製水で濡らす．併合した全試験液又は 1 容器中の全試験液を，必要ならば漏斗に徐々に注いで，吸引ろ過する．ろ過後，微粒子試験用精製水を噴射し，フィルターホルダーの内壁を洗浄する．メンブランフィルターの表面に水分がなくなるまで吸引を行う．このフィルターをペトリ皿に移し，覆いをわずかに開けてフィルターを風乾する．風乾後，ペトリ皿を顕微鏡のステージ上に置き，反射光下，全フィルター上にある 10 μm 以上及び 25 μm 以上の微粒子数を計測する．フィルターの一視野の微粒子数を計測し，計算によりフィルター上の全微粒子数を求めてもよい．試験製剤の平均微粒子数を算出する．

円形直径目盛りを用いて微粒子を径ごとに分ける操作は，各微粒子の形状を円形とみなし，10 μm 及び 25 μm の参照円と比較して行うが，その際，視野目盛領域内の微粒子を移動させたり，参照円と重ねてはならない．白色及び透明な微粒子の大きさは，透明な円の内径を用いて測定し，暗色粒子の大きさは，黒円の外径を用いて測定する．

顕微鏡粒子計数法では非晶形，半固形のもの，あるいはメンブランフィルター上で汚れや変色したように見える形状が不明瞭なものについては，大きさや数を測定しない．これらの物質は表面の凸凹がほとんどなく，ゼラチン状あるいはフィルム状の外観を呈している．そのような物質の微粒子数の測定には，第 1 法が役立つ．

判　定

平均微粒子数が下記に規定する値のときは適合とする．

A：表示量が 100 mL ◆以上◆の注射剤

1 mL 当たり 10 μm 以上のもの 12 個以下，25 μm 以上のもの 2 個以下．

B：表示量が 100 mL 未満の注射剤

容器当たり 10 μm 以上のもの 3000 個以下，25 μm 以上のもの 300 個以下．

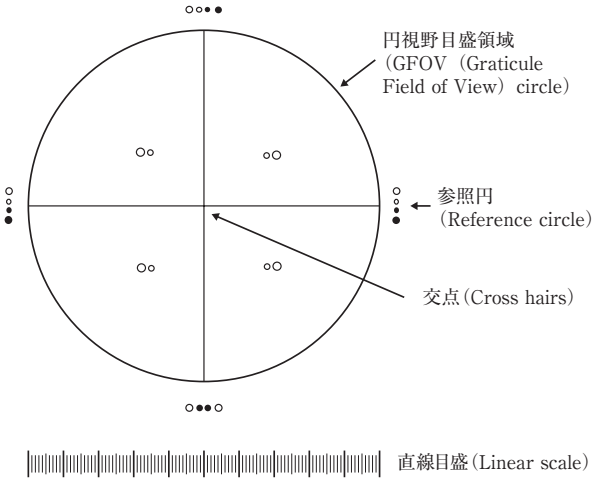


図 6.07－1　円形直径目盛り

6.08　点眼剤の不溶性微粒子試験法

点眼剤の不溶性微粒子試験法は，点眼剤中の不溶性微粒子の大きさ及び数を試験する方法である．

装　置

測定装置には，顕微鏡，不溶性微粒子捕集用ろ過装置及び測定用メンブランフィルターを用いる．

顕微鏡：顕微鏡には対物測微計で検定した接眼測微計，可動ステージ及び照明装置を備え，倍率は 100 倍に調整する．

不溶性微粒子捕集用ろ過器：不溶性微粒子捕集用ろ過器は，ガラス又は試験に支障をきたさない材質で製したフィルターホルダーとクリップからなり，直径 25 mm 又は 13 mm の測定用メンブランフィルターを取り付けて，減圧で使用できるろ過器である．

測定用メンブランフィルター：測定用メンブランフィルターは，白色，直径 25 mm 又は 13 mm，孔径 10 μm 以下，一辺約 3 mm の格子付きで，あらかじめ試験するとき，フィルター上に 25 μm 以上の微粒子を認めないものを用いる．必要ならば微粒子試験用精製水を用いて洗浄する．

試　薬

微粒子試験用精製水：100 mL につき 10 μm 以上の不溶性微粒子が 10 個以下の精製水で，用時，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターを用い，ろ過して製する．

操 作 法

水性点眼剤

操作は，塵埃の少ない清浄な設備又は装置内で注意して行う．フィルターホルダーに測定用メンブランフィルターを取り付け，クリップで固定し，フィルターホルダーの内側を微粒子試験用精製水で洗浄した後，微粒子試験用精製水 200 mL を 1 分間 20 ～ 30 mL の速度で吸引ろ過する．メンブランフィルター上から水がなくなるまで吸引し，メンブランフィルターを取り出し，平底ペトリ皿に入れ，ふたをずらして 50 ℃ 以下で十分に乾燥する．乾燥後，ペトリ皿を顕微鏡のステージに置き，照明装置を用いて落射し，メンブランフィルターの格子を可動ステージの座標軸に合わせ，不溶性微粒子を最も見やすいように調節した後，可動ステージを移動させながら，有効ろ過面上の 150 μm 以上の微粒子数を測定し，その個数が 1 個以下であることを確かめる．微粒子の大きさは最長径とする．

次に別のメンブランフィルターをフィルターホルダーに取り付け，クリップで固定し，フィルター内部を微粒子試験用精製水数 mL で潤す．試料は容器の外部を清浄にし，数回倒立するようにして穏やかに振り混ぜた後，キャップを開け，ノズル部分の外部を清浄にした後，あらかじめ微粒子試験用精製水でよく洗浄したメスシリンダーに入れる．この操作を繰り返し，試験用溶液 25 mL を調製する．これをフィルター内壁に沿うようにして徐々に注ぎ，常にフィルター上に試料を保つよう穏やかに吸引する．粘稠な試料は，あらかじめ微粒子試験用精製水又は適当な希釈用溶液で適当に薄めて同様にろ過する．メンブランフィルター上の試料が少量になったとき，微粒子試験用精製水又は適当な希釈用溶液 30 mL でフィルターホルダーの内壁を洗うように加える．更に微粒子試験用精製水 30 mL ずつで 3 回繰り返す．引き続きメンブランフィルター上から水がなくなるまで穏やかに吸引した後，メンブランフィルターを取り，ペトリ皿に入れ，ふたをずらして 50 ℃ 以下で乾燥する．乾燥後，ペトリ皿を顕微鏡のステージに置き，前記と同様に顕微鏡を操作し，有効ろ過面上の 300 μm 以上の不溶性微粒子数を測定する．不溶性微粒子の大きさは最長径とする．

用時溶解して用いる点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う．ただし，添付の溶剤に溶解した後，試料量は 25 mL とする．

懸濁性点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う．ただし，あらかじめ微粒子試験用精製水で洗浄した容器に試料 25 mL を量り，懸濁溶解用液若しくは適当な溶解用溶媒を適当量加えて，振り混ぜて懸濁粒子を溶解し，試料溶液として試験を行う．

なお，溶媒を用いる場合には，使用する溶媒に耐えるメンブランフィルターを使用する．

1 回量包装点眼剤

操作は水性点眼剤に準じて行う．ただし，試料は 10 本を用いる．また，メンブランフィルターは直径 13 mm，微粒子捕集口径 4 mm のフィルターホルダーを用いる．

6.09　崩壊試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

崩壊試験法は，錠剤，カプセル剤，◆顆粒剤，丸剤◆が試験液中，定められた条件で規定時間内に崩壊するかどうかを確認する試験法である．崩壊試験法は，製剤中の有効成分が完全に溶解するかどうかを確認することを目的としていない．

装　置

装置は，高さ 138 ～ 160 mm で浸漬部の内径が 97 ～ 115 mm の 1000 mL 低形ビーカー，37±2℃ で温度調節可能な恒温槽，1 分間 29 ～ 32 往復，振幅 53 ～ 57 mm で上下する試験器及び電動機からなっている．ビーカーに入れる試験液の量は，試験器が最も上がったとき，試験器の網面が液面から下へ少なくとも 15 mm 以上離れるようにし，試験器が最も下がったとき，網面はビーカーの底から 25 mm 以上で，試験器が完全に沈むことがあってはならない．電動機の上方及び下方への移動時間は等しくし，また上下の方向転換は，急ではなく滑らかに行われるようにする．試験器は垂直軸に沿って動作するようにし，水平方向に軸が動いたり移動したりしないようにする．

試験器　試験器には，長さ 77.5±2.5 mm，内径 20.7 ～ 23 mm，厚さ 1.0 ～ 2.8 mm の両端が開口した透明な管 6 本と，これらの管を上下方向からはさみ垂直に立てておくための直径 88 ～ 92 mm，厚さ 5 ～ 8.5 mm の 2 枚のプラスチック板があり，これらの板には，それぞれ直径 22 ～ 26 mm の穴が 6 個，中心から等距離かつ等間隔で開いている．下のプラスチック板の下面には，網目の開き 1.8 ～ 2.2 mm，線径 0.57 ～ 0.66 mm の平らなステンレス網を取り付ける．試験器は，2 枚のプラスチック板を貫く 3 本の支柱を用いて，組み立て固定する．試験器は図 6.09－1 に示した構造に合うものである．ガラス管と網が規格に合っている限り，他の部分の多少の変更は可能で，◆例えば，ガラス管を試験器に固定するため，上のプラスチック板の上面及び下のプラスチック板の下面に，それぞれの穴に当たる部分に直径 22 ～ 26 mm の穴を 6 個あけた直径 88 ～ 92 mm，厚さ 0.5 ～ 1 mm の耐酸性の金属板を取り付けてもよい．◆ 試験器はその中心軸に沿って上下運動できるように，電動機に適当な方法で吊るす．

補助盤　補助盤は，各条にその使用が規定されている場合にのみ，各ガラス管に入れて使用できる．補助盤は，高さ 9.5±0.15 mm，直径 20.7±0.15 mm の円柱状で，比重 1.18 ～ 1.20 の透明なプラスチックからなる．補助盤には，盤の上下を垂直に貫く直径 2±0.1 mm の孔が五つ平行に開いており，一つは補助盤の中心に，他の四つは中心から 6±0.2 mm の距離にそれぞれ等間隔に開いている．補助盤の側面には，盤面とほぼ直角に，同一の台形状の切り込みが 4 つ等間隔にある．台形は対称形で，上下の平行線は，中心軸から 6 mm にある隣接した 2 つの孔を結ぶ線と平行に位置している．台形の平行線の下線部は長さ 1.6±0.1 mm で円周部から深さ 1.6±0.1 mm の位置にあり，上線部は長さ 9.4±0.2 mm で深さ 2.6±0.1 mm の位置にある．補助盤は図 6.09－1 の規格に適合するもので，表面はすべて滑らかである．補助盤の使用が規定されている場合は，それぞれのガラス管に 1 個の補助盤を入れ，操作法に従い試験する．なお，崩壊を自動的に検出する目的で，加工した特殊な補助盤を用いる場合，その補助盤の比重，サイズは規格に適合するものでなければならない．また，それが使用できるのは各条で規定されている場合に限られる．

◆補助筒　補助筒は図 6.09－2 に示すように内径 12±0.2 mm，外径 17±0.2 mm，長さ 20±1 mm のプラスチック筒 D の両端外側にねじを切り，内径 12±0.2 mm，外径 17±0.2 mm，長さ 2.5 ～ 4.5 mm のプラスチック筒 A の内側にねじを切り，網目の開き 0.42 mm，線径 0.29 mm の耐酸性の網を置いて，先の円筒の両端に密着させたものである．補助筒の上下の網の間隔は 20±1 mm とし，外側中央部に直径 1 mm の耐酸性針金を用いて高さ 80±5 mm の取手を付ける．補助筒は，顆粒剤及び腸溶顆粒を充てんしたカプセル剤を試験するときに用いる．◆

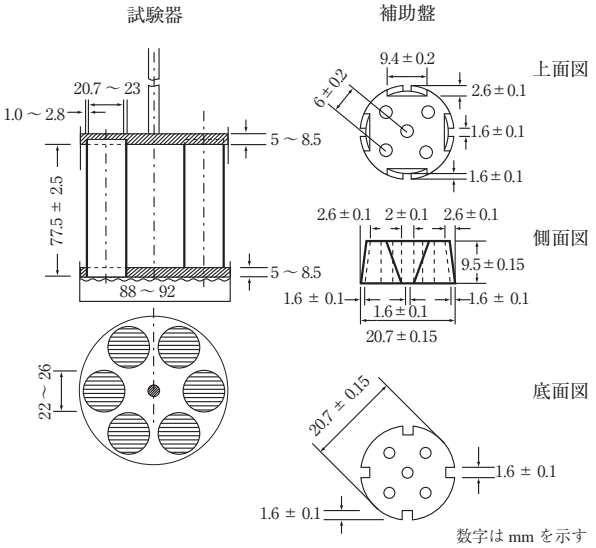
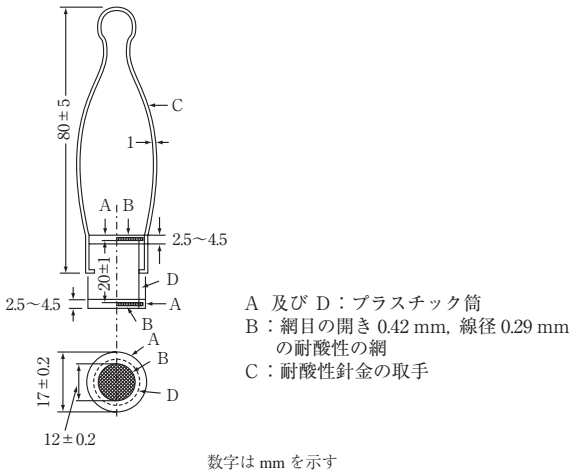


図 6.09－1　崩壊試験装置



◆図 6.09－2　補助筒◆

操 作 法

（1）　即放性製剤

錠剤，カプセル剤，◆丸剤（生薬を含む丸剤を除く）◆ については，試験器の 6 本のガラス管にそれぞれに試料 1 個ずつを入れ，補助盤の使用が規定されている場合は補助盤を入れ，◆別に規定するもののほか，試験液に水を用いて，◆ 37±

2℃ で試験器を作動させる．◆別に規定するもののほか，素錠は 30 分後，コーティング錠及び丸剤は 60 分後，カプセル剤は 20 分後，◆ 試験器を試験液から引き上げ，試料の崩壊の様子を観察する．◆試料の残留物をガラス管内に全く認めないか，又は認めても明らかに原形をとどめない軟質の物質であるとき，あるいは不溶性の剤皮又はカプセル皮膜の断片であるとき，試料は崩壊したものとする．◆ すべての試料が崩壊した場合，適合とする．1 個又は 2 個が崩壊しなかった場合，更に 12 個の試料について試験を行い，計 18 個の試料うち 16 個以上の試料が崩壊した場合，適合とする．◆生薬を含む丸剤については，試験液に崩壊試験第 1 液を用いて同様に，60 分間，試験を行う．試料の残留物をガラス管内に認めるときは，引き続き崩壊試験第 2 液で 60 分間，試験を行う．◆

◆顆粒剤については，30 号ふるい（500 μm）を用いて製剤の粒度の試験法〈*6.03*〉の（1）顆粒剤の規定に準じてふるい，30 号ふるいに残留するもの 0.10 g ずつをそれぞれ補助筒 6 個にとり，補助筒を試験器のガラス管に 1 個ずつ入れて固定し，別に規定するもののほか，試験液に水を用いて，37±2℃ で試験器を作動させる．別に規定するもののほか，剤皮を施していない顆粒は 30 分後，剤皮を施した顆粒は 60 分後，試験器を試験液から引き上げ，補助筒を取り出して試料の崩壊の様子を観察する．試料の残留物を補助筒内に全く認めないか，又は認めても明らかに原形をとどめない軟質の物質であるとき，あるいは剤皮の断片であるとき，崩壊したものとする．すべての補助筒内の試料が崩壊した場合，適合とする．1 個又は 2 個の補助筒内の試料が崩壊しなかった場合，更に 12 個の試料について試験を行い，計 18 個の試料うち 16 個以上の試料が完全に崩壊した場合，適合とする．◆

◆（2）　腸溶性製剤

別に規定するもののほか，崩壊試験第 1 液及び崩壊試験第 2 液による 2 つの試験を別々に行う．

（ⅰ）　腸溶錠及び腸溶性カプセル

（ア）　崩壊試験第 1 液による試験

試験液に崩壊試験第 1 液を用いて 120 分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行う．腸溶錠及び腸溶性カプセルが壊れた場合，又は腸溶性皮膜が開口，破損した場合，崩壊したものとする．すべての試料が崩壊しない場合，適合とする．1 個又は 2 個が崩壊した場合は，更に 12 個の試料について試験を行い，計 18 個の試料うち 16 個以上の試料が崩壊しない場合，適合とする．

（イ）　崩壊試験第 2 液による試験

試験液に崩壊試験第 2 液を用いて 60 分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行い，崩壊の適否を判定する．

（ⅱ）　腸溶顆粒及び腸溶顆粒を充てんしたカプセル剤

顆粒剤又はカプセル剤中より取り出した内容物を 30 号ふるい（500 μm）を用いて製剤の粒度の試験法（1）顆粒剤の規定に準じてふるい，30 号ふるいに残留するもの 0.10 g ずつをそれぞれ補助筒 6 個にとり，補助筒を試験機のガラス管に 1 個ずつ入れて固定し，（ア）崩壊試験第 1 液による試験及び（イ）崩壊試験第 2 液による試験の 2 つの試験を行う．

（ア）　崩壊試験第 1 液による試験

試験液に崩壊試験第 1 液を用いて 60 分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行う．試験器の網目から落ちる顆粒数が 15 粒以内のとき，適合とする．

（イ）　崩壊試験第 2 液による試験

試験液に崩壊試験第 2 液を用いて 30 分間，即放性製剤の操作法に従って試験を行い，崩壊の適否を判定する．◆

6.10　溶出試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本試験は，経口製剤について溶出試験規格に適合しているかどうかを判定するために行うものであるが，◆併せて著しい生物学的非同等を防ぐことを目的としている．◆ 本試験における試料とは，最小投与量に相当するもので，錠剤では 1 錠，カプセルでは 1 カプセル，その他の製剤では規定された量を意味する．

装　置

回転バスケット法の装置（装置 1）：装置は，ふたができるガラス又は透明で化学的に不活性な材質[1] の容器，モーター，回転軸及び円筒形のバスケットからなる．容器は，適当な大きさの恒温水槽に設置するか又は恒温ジャケットなどに入れ，加温する．恒温水槽又は恒温ジャケットは，試験中の容器内温度が 37±0.5℃ となるように，また，恒温水槽内の液体が滑らかに動くように調整する．撹拌部の滑らかな回転以外には，装置が設置された周辺環境や装置に起因する揺動や振動が生じないようにする．試験中は，試料及び撹拌状態を観察できるようにする．容器は底部が半円球の円筒形で，容積は 1 L，高さ 160 ～ 210 mm，内径は 98 ～ 106 mm で，容器の上部には出縁がある．試験液の蒸発を防ぐために，容器にふたをする[2]．回転軸は，どの部分でも容器の垂直方向の中心軸からの隔たりを 2 mm 以内とし，滑らかに回転させ，結果に影響を及ぼすような揺動及び振動が生じないようにする．回転数の可変部は，規定された回転数の ±4 % の範囲で回転するよう調節する．

図 6.10－1 に示す回転軸とバスケットは，ステンレス（SUS 316）製，あるいはそれと同等の不活性な材質を使用する．また，金で約 2.5 μm の厚さに被覆したバスケットを用いることができる．試験開始時に，試料を乾燥したバスケットに入れる．試験中は，容器の内底とバスケットの下端との距離は 25±2 mm に固定する．

パドル法の装置（装置 2）：装置は，装置 1 と同様のものを用いるが，撹拌部には撹拌翼と回転軸からなるパドルを用いる．回転軸は，どの部分でも容器の垂直方向の中心軸からの隔たりが 2 mm 以内とし，滑らかに回転させ，結果に影響を及ぼすような揺動及び振動が生じないようにする．パドルの仕様は図 6.10－2 に示すとおりで，撹拌翼の垂直方向の軸が回転軸の中心を貫通し，撹拌翼の底部は回転軸の下端と同一平面となるようにする．試験中は，容器の内底と撹拌翼の下端との距離は 25±2 mm に固定する．撹拌翼と軸は金属又は化学的に不活性で堅牢な材質の一体化したものを用いる．試験中に撹拌翼と回転軸をしっかり固定できるならば，両者が取り外せるパドルを用いることができる．撹拌翼と回転軸は，化学的に不活性に

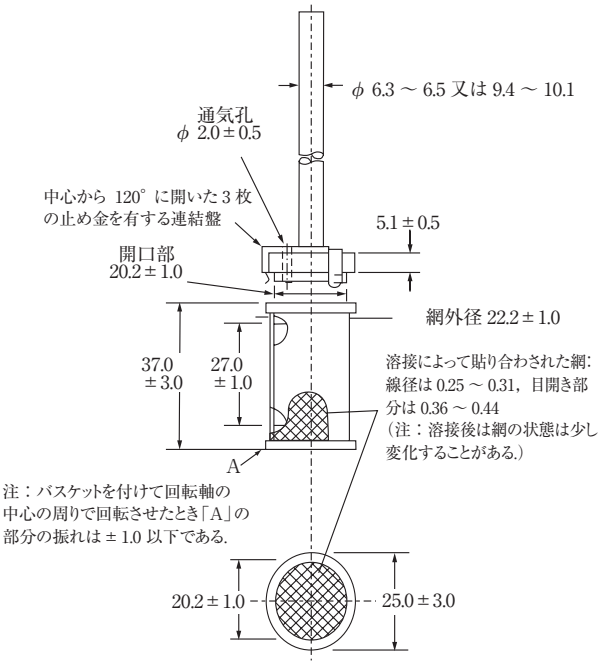


図 6.10－1　装置 1，回転軸及びバスケットの部分

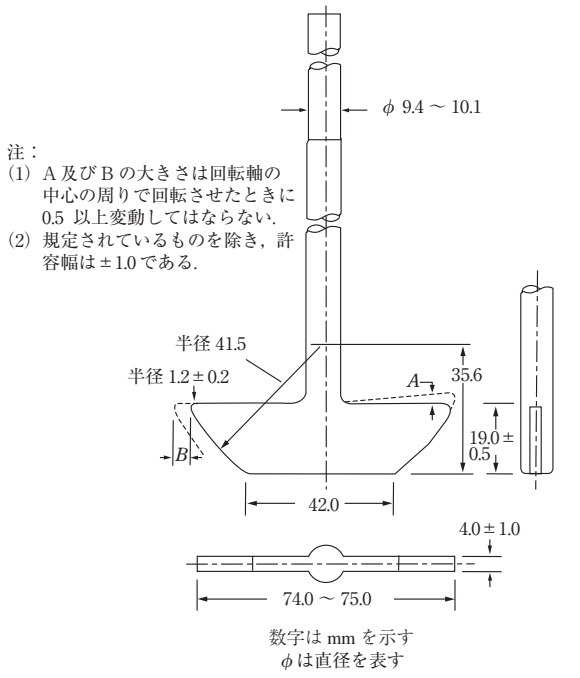
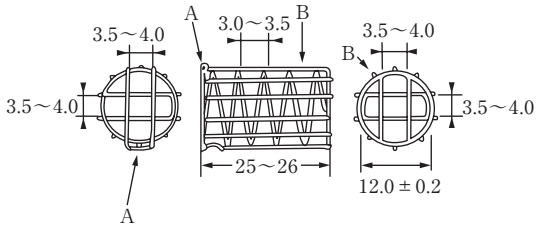


図 6.10－2　装置 2，回転軸及びパドルの攪拌翼部分

するために適当な被覆剤で覆うことができる．試料は，攪拌翼の回転を始める前に，通例容器の底部に沈める．試料が浮く場合には，◆医薬品各条で規定されていれば，◆らせん状に数回巻いた針金のような，化学的に不活性な材質でできた小型の締め付けないシンカーを試料に取り付けることができる．その他のシンカーの例を図 6.10－2 a に示した．また，他のバリデーションされたシンカーを用いることができる．



A：耐酸性針金の留め金
B：耐酸性針金の支柱

図 6.10－2 a　シンカーの仕様例

フロースルーセル法の装置（装置 3）：装置は，試験液の貯槽と送液用ポンプ，フロースルーセル，試験液を 37 ± 0.5 ℃ に保つための恒温水槽からなる．フロースルーセルは医薬品各条で規定された大きさのものを使用する．

送液用ポンプは，フロースルーセルの中を上向きに試験液を送液する．送液用ポンプは，毎分 4 ～ 16 mL の送液が可能で標準的な毎分 4，8，16 mL の送液ができるものを使用する．送液用ポンプは定流量（表示流量の ±5 %）で送液でき，脈流の波形は 120 ± 10 パルスの正弦型でなければならない．ただし，◆脈流が生じない送液用ポンプを用いてもよい.◆

透明で化学的に不活性な材質でできたフロースルーセル（図 6.10－3 及び 6.10－4 参照）を垂直に設置し，セルの上部には，未溶解の粒子が流失するのを防ぐため，（医薬品各条で規定された）フィルターシステムを装着する．標準的なセルの直径は 12 及び 22.6 mm で，セルの下部にある円錐の先端に試験液導入チューブを保護するために直径約 5 mm のビーズを置き，その上に直径約 1 mm のガラスビーズを入れ円錐内を満たす．特殊な剤形では，ホルダー（図 6.10－3 及び 6.10－4 参照）を使用して試料を保持することができる．フロースルーセルは恒温水槽に沈め，温度を 37 ± 0.5 ℃ に保つ．

漏れが生じないように 2 枚の O－リングを使用してフロースルーセルをしっかり締める．送液用ポンプから発生する振動を遮蔽するために，送液用ポンプは溶出ユニットから離しておく．送液用ポンプは，貯槽より高いところに置いてはならない．接続チューブはできるだけ短くする．接続チューブにはテフロンのような化学的に不活性なものを使用し，その内径は約 1.6 mm で両端には化学的に不活性な接続用の縁が付いている．

装置の適合性：溶出試験装置の適合性には，装置の寸法が上述した許容誤差に従っていることの確認が含まれる．また，使用中に定期的に監視が必要な重要な試験パラメータは，温度や試験液の容量，（回転バスケット法及びパドル法では）回転速度，（フロースルーセル法では）試験液の流量などである．

定期的に，溶出試験装置が適切な性能を有しているかどうか判定する．

操　作

回転バスケット法及びパドル法

即放性製剤

操作：規定された容器に規定された容量（±1 %）の試験液を入れ，装置にセットする．試験液を 37 ± 0.5 ℃ に保ち，温度計を取り除く．試料の表面に気泡が付かないように注意しな

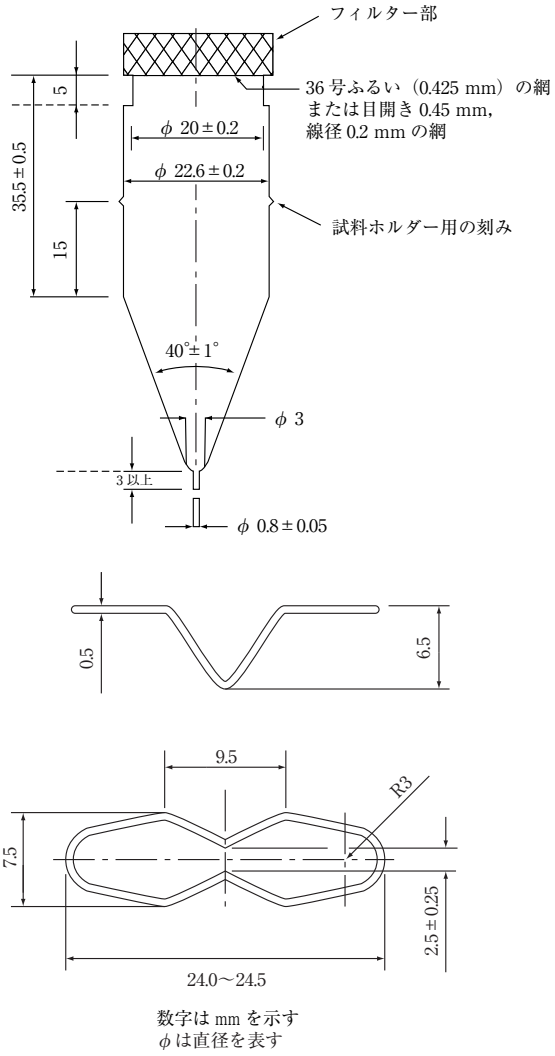


図 6.10－3　装置 3
（上）錠剤及びカプセル用の大型フロースルーセル
（下）大型フロースルーセル用の錠剤ホルダー
（他に記載がない場合には寸法は mm で表している.）

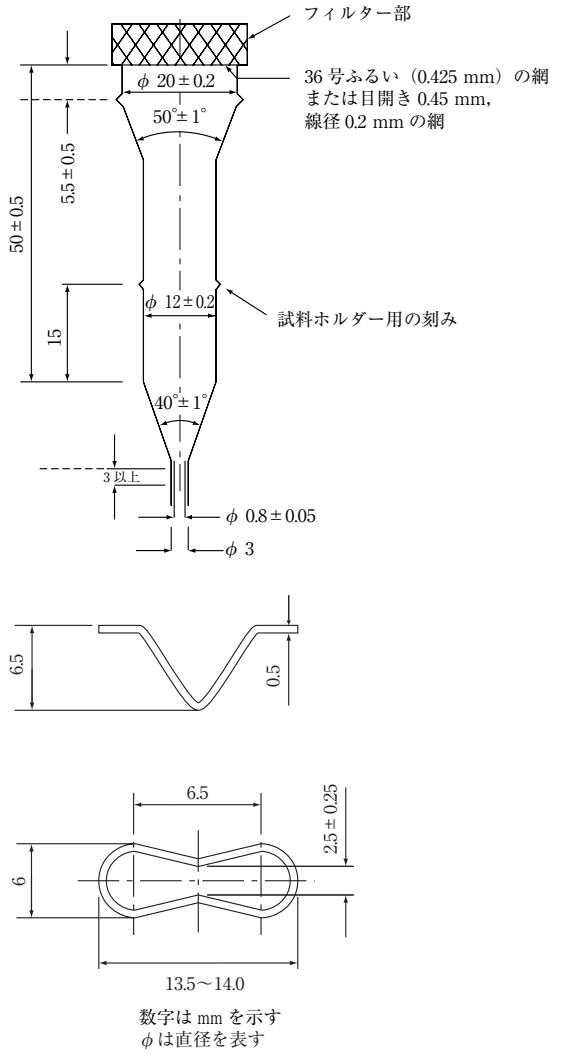


図 6.10－4　装置 3
（上）錠剤及びカプセル用の小型フロースルーセル
（下）小型フロースルーセル用の錠剤ホルダー
（他に記載がない場合には寸法は mm で表している.）

がら各容器に試料を入れ，直ちに規定された回転速度で装置を作動させる．規定された間隔で又は規定された時間に，試験液の上面と回転バスケット又はパドルの攪拌翼の上面との中間で容器壁から 10 mm 以上離れた位置から，試験液を採取する．(注：複数回の試験液の採取が規定されている試験では，採取された量と等しい容量の 37 ℃ の試験液を補充するか又は試験液の補充が必要ない場合には計算するときに容量変化を補正する．試験中，容器にはふたをし，適度な間隔で容器内の試験液の温度を確認する.）指示された分析法を用いて溶出した有効成分量を測定する[3]．他の試料についても同様の操作を行う．

試験液の採取が自動化された装置を用いるか若しくは装置に手を加えて変更する場合には，それらの装置が一般試験法に示されている標準的な装置を用いて得た結果と同等の結果が得られることを確認しなければならない．

試験液：規定された試験液を用いる．試験液が緩衝液の場合，pH を規定値の ±0.05 以内となるように調整する．(注：試験液に溶存している気体は気泡の原因となることがあり，試験結果に影響を与えることがある．溶存している気体が溶出試験結果に影響を及ぼす場合には，試験の前に脱気する[4].）

試験時間：1 時点での測定が規定されているときは，規定された溶出率に達した場合には，その時間より早く試験を終了することができる．それ以外では，規定された時間の ±2 % 以内で試験液を採取する．

徐放性製剤

操作：即放性製剤の項と同じ．

試験液：即放性製剤の項における指示と同じ．

試験時間：通常 3 時点の測定を行い，単位は時間で表示する．

腸溶性製剤

◆操作：別に規定するもののほか，溶出試験第 1 液による試験及び溶出試験第 2 液による試験について，それぞれ独立して即放性製剤の項と同じ操作を行う.◆

◆試験液：溶出試験第 1 液による試験；試験液に溶出試験第 1 液を用いるほかは即放性製剤の項における指示に従う．溶出試験第 2 液による試験；試験液に溶出試験第 2 液を用いるほかは，即放性製剤における指示に従う.◆

◆試験時間：溶出試験第 1 液による試験；通例，錠剤，カプセルは 2 時間，顆粒は 1 時間とする．溶出試験第 2 液による試験；即放性製剤の項と同じ.◆ 試験液は規定時間の ±2 % 以内に採取する．

フロースルーセル法

即放性製剤

操作：医薬品各条に規定された大きさのセルにガラスビーズを詰める．試料はガラスビーズの上に乗せるか，又はホルダーの使用が規定されている場合はホルダーの上に乗せる．上部のフィルター部分をセルにねじなどで取り付ける．37±0.5 ℃ に加温した試験液を，ポンプを用いて規定された値の 5 % 以内の誤差の流量でフロースルーセル底部よりセル内に導入する．規定された時間ごとに，試験液のフラクションを採取する．規定された分析法を用いて溶出した有効成分量を測定する．他の試料についても同様の操作を行う．

試験液：回転バスケット法及びパドル法における即放性製剤の項の指示に従う．

試験時間：回転バスケット法及びパドル法における即放性製剤の項の指示に従う．

徐放性製剤

操作：フロースルーセル法における即放性製剤の項の指示に従う．

試験液：フロースルーセル法における即放性製剤の項の指示に従う．

試験時間：通常 3 時点の測定を行い，単位は時間で表示する．

判　定

即放性製剤

◆医薬品各条で Q 値が規定されている場合は判定法 1 に従い，その他の場合は判定法 2 に従う.◆

判定法 1：別に規定するもののほか，試料からの有効成分の溶出率が判定基準表 6.10－1 を満たすときに適合とする．S 1 又は S 2 を満たさない場合には，S 3 まで試験を行う．Q は，◆規定された有効成分の溶出率であり,◆表示量に対する百分率で表す；表中の 5 %，15 %，25 % は，Q と同様に，有効成分の表示量に対する百分率で表されている．

判定基準表 6.10－1

水準	試験個数	判定基準
S 1	6	個々試料からの溶出率が Q + 5 % 以上.
S 2	6	12 個（S 1+S 2）の試料の平均溶出率≧ Q, Q −15 % 未満のものがない.
S 3	12	24 個（S 1+S 2+S 3）の試料の平均溶出率≧ Q, Q −15 % 未満のものが 2 個以下, Q −25 % 未満のものがない.

◆判定法 2：別に規定するもののほか，試料 6 個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする．規定する値から外れた試料が 1 個又は 2 個のときは，新たに試料 6 個をとって試験を繰り返す．12 個中，10 個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする.◆

徐放性製剤

◆判定法 1：◆別に規定するもののほか，試料からの有効成分の溶出率が判定基準表 6.10－2 を満たすときに適合とする．L 1 又は L 2 を満たさない場合には，L 3 まで試験を行う．各時点の溶出率の限度は，表示量に対する百分率で表されている．限度値は，規定された（場合によっては投与間隔を区切った）各試験液採取時間でのそれぞれの溶出率 Q_i の値である．各条に複数の範囲が示されている場合は，それぞれの範囲で判定基準を適用する．

判定基準表 6.10－2

水準	試験個数	判定基準
L 1	6	すべての個々の溶出率が，それぞれの規定範囲内（限度値も含む）であり，かつ，最終試験時間では，すべての個々の溶出率が規定された値以上である.
L 2	6	12 個（L 1+L 2）の試料の平均溶出率が規定された範囲内（限度値も含む）であり，かつ，試験終了時の 12 個(L 1+L 2)の試料の平均溶出率が規定された値以上である；また，個々の試料からの溶出率は，規定された範囲から表示量の ±10 % を超えて外れるものがなく，かつ，試験終了時に規定された値より表示量の 10 % を超えて下回るものがない.
L 3	12	24 個（L 1+L 2+L 3）の試料の平均溶出率が規定された範囲内（限度値も含む）であり，かつ，試験終了時の 24 個（L 1+L 2+L 3）の試料の平均溶出率が規定された値以上である；規定された範囲から表示量の 10 % を超えて外れるものが，24 個のうち 2 個以下であり，かつ，試験終了時に規定された値よりも表示量の 10 % を超えて下回るものが，24 個のうち 2 個以下である．更に，規定された範囲から表示量の 20 % を超えて外れるものがなく，かつ，試験終了時に規定された値よりも表示量の 20 % を超えて下回るものがない.

◆判定法 2：別に規定するもののほか，試料 6 個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする．規定する値から外れた試料が 1 個又は 2 個のときは，新たに試料 6 個をとって試験を繰り返す．12 個中，10 個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする．複数の範囲が示されている場合は，それぞれの範囲で判定基準を適用する.◆

腸溶性製剤

◆医薬品各条において，溶出試験第 2 液による試験で Q 値が規定されている場合は判定法 1 に従い，その他の場合は判定法 2 に従う.

判定法 1：溶出試験第 1 液による試験　別に規定するもののほか，溶出試験第 1 液による試験においては，有効成分の溶出率が判定基準表 6.10 － 3 を満たすときに適合とする．A 2 で 25 % を超えるものがなく平均溶出率が適合しない場合には，A 3 まで試験を行う.◆

判定基準表 6.10－3

水準	試験個数	判定基準
A 1	6	個々の試料からの溶出率が 10 % 以下.
A 2	6	12 個（A 1+A 2）の試料の平均溶出率が 10 % 以下で，かつ，25 % を超えるものがない.
A 3	12	24 個（A 1+A 2+A 3）の試料の平均溶出率が 10 % 以下で，かつ，25 % を超えるものがない.

◆溶出試験第 2 液による試験◆　別に規定するもののほか，有効成分の溶出率が判定基準表 6.10－4 を満たすときに適合とする．B 1 又は B 2 を満たさない場合には，B 3 まで試験を行う．Q は，◆各条に規定された有効成分の溶出率であり,◆表示量に対する百分率で表す．表 6.10－4 中の 5 %，15 %，

25 % は，Q と同様に，有効成分の表示量に対する百分率で表されている．

判定基準表 6.10－4

水準	試験個数	判定基準
B 1	6	個々試料からの溶出率が Q + 5 % 以上.
B 2	6	12 個（B 1+B 2）の試料の平均溶出率≧ Q, Q − 15 % 未満のものがない.
B 3	12	24 個（B 1+B 2+B 3）の試料の平均溶出率≧ Q, Q − 15 % 未満のものが 2 個以下, Q − 25 % 未満のものがない.

◆判定法 2：別に規定するもののほか，溶出試験第 1 液，溶出試験第 2 液による試験共，試料 6 個について試験を行い，個々の試料からの溶出率がすべて医薬品各条に規定する値のときは適合とする．規定する値から外れた試料が 1 個又は 2 個のときは，新たに試料 6 個をとって試験を繰り返す．12 個中，10 個以上の試料の個々の溶出率が規定する値のとき適合とする．◆

[1] 試料を吸着したり，試料と反応したり，試料の測定を妨害するような材質であってはならない．

[2] ふたを用いる場合には，温度計や試験液を採取する器具が挿入できる差し込み口をあらかじめ開けておく．

[3] 採取した試験液は，ろ過が不必要な場合を除いて，採取後直ちにろ過する．有効成分を吸着せず，また，分析を妨害する物質が溶出しないようなフィルターを使用する．

[4] 脱気法の例：試験液を攪拌しながら 41 ℃ に加温し，直ちに吸引下攪拌しながら孔径 0.45 μm 以下のフィルターを用いてろ過し，更に，5 分間減圧下で攪拌する．他のバリデーションされた脱気方法を用いてもよい．

7. 容器・包装材料試験法

7.01　注射剤用ガラス容器試験法

注射剤用ガラス容器は，内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので，完全に融封できるか，又は他の適当な方法によって微生物が侵入しないようにし，内容医薬品を保護できるものであり，次の規格に適合する．ただし，表面処理を施した輸液用容器は，アルカリ溶出試験第 1 法の融封できない容器の規定に適合した材質を用いて製する．

（1） 容器は無色又は淡褐色透明で，注射剤の不溶性異物検査法〈*6.06*〉の試験に支障をきたす気泡があってはならない．

（2） 分割使用を目的とする容器は，ゴム栓又は他の適当な栓を用いて密封する．栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用しないもので，注射針を挿入したとき，栓の破片を混入することなく，また，注射針を抜きとったとき，直ちに外部からの汚染を防ぎうるものである．

輸液用を目的とする容器は，輸液用ゴム栓試験法〈*7.03*〉の規定に適合した栓を用いて密封する．

（3） アルカリ溶出試験　試験法は容器の形状及び内容医薬品の用途によって，次の 2 方法に分ける．

（i） 第 1 法　融封できる容器又は内容 100 mL 以上の輸液用容器以外の融封できない容器はこの方法による．

容器の内外をよく水で洗い，乾燥し，必要ならば粗く砕いた後，その 30 ～ 40 g をとる，これを鉄製乳鉢に入れて，粉砕し，12 号（1400 μm）ふるいを通らないものは再び元の乳鉢に移し，同様の操作を，試料量の 2/3 が 12 号（1400 μm）ふるいを通るまで繰り返す．次に 12 号（1400 μm）ふるいを通過した砕末を合わせ，18 号（850 μm）及び 50 号（300 μm）ふるいを用い，5 分間水平に揺り動かしながら，時々軽くたたいてふるった後，18 号（850 μm）ふるいを通り，50 号（300 μm）ふるいを通らない大きさの砕末 7 g をとる．これを 50 号（300 μm）ふるいに入れて適当な容器中で水に浸し，1 分間ゆるく振り混ぜながら洗い，更にエタノール（95）で 1 分間洗い，100 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷する．この砕末 5.0 g を正確に量り，200 mL の硬質三角フラスコに入れ，水 50 mL を加えて弱く振り混ぜ，砕末がなるべくフラスコの底部に平均に分散するようにし，硬質小ビーカー又は硬質時計皿でふたをし，水浴中で 2 時間加熱した後，直ちに常温に冷却する．内容液は 250 mL の硬質三角フラスコに移し，残留物は水 20 mL ずつで 3 回よく洗い，洗液は 250 mL の硬質三角フラスコ中の液に合わせ，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 5 滴を加え，0.01 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L 硫酸の消費量は，容器の種類によって次の量以下である．

融封できる容器　0.30 mL
融封できない容器（容器として用いる注射筒を含む）　2.00 mL

（ii） 第 2 法　融封できない内容 100 mL 以上の輸液用容器はこの方法による．

容器の内外をよく水で洗い，乾燥する．容器の実容積の 90 % に対応する容量の水を加え，硬質小ビーカーでふたをするか，又は適当な栓で密封した後，高圧蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 1 時間加熱し，常温になるまで放置する．この液 100 mL を正確に量り，250 mL の硬質三角フラスコに入れ，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 5 滴を加え，0.01 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．別に水 100 mL を正確に量り，250 mL の硬質三角フラスコに入れ，以下同様の方法で滴定して空試験を行い，補正するとき，0.01 mol/L 硫酸の消費量は 0.10 mL 以下である．

（4） 着色容器の鉄溶出試験　着色容器 5 個以上をとり，水でよく洗い，105 ℃ で 30 分間乾燥し，表示された内容量の 0.01 mol/L 塩酸を入れ，融封できる容器は融封し，融封できない容器は，硬質小ビーカー又は硬質時計皿でふたをして，105 ℃ で 1 時間加熱する．冷後，この液 40.0 mL をとり，鉄試験法〈*1.10*〉の第 1 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える．

（5） 着色容器の遮光性試験　着色容器 5 個をとり，それぞれできるだけ湾曲の少ない切片に切断する．切片の表面を清浄にした後，分光光度計を用い，切片の中心部を光が垂直に透過するように切片をセルホルダーに固定し，空気を対照

とし，波長 290 ～ 450 nm 及び 590 ～ 610 nm における透過度を 20 nm の間隔で測定する．その透過率は波長 290 ～ 450 nm でそれぞれ 50 % 以下，波長 590 ～ 610 nm でそれぞれ 60 % 以上である．ただし，融封できない容器で器壁の厚さ 1.0 mm 以上のものにあっては波長 590 ～ 610 nm でそれぞれ 45 % 以上とする．

7.02　プラスチック製医薬品容器試験法

本試験法は，プラスチック製医薬品容器の設計及び品質評価に用いることができる．常に，どのような医薬品容器についても，ここに記述したすべての試験を行うことが必要なわけではない．他方，本試験法はプラスチック製医薬品容器の設計・品質評価に必要なすべての試験方法を示すものではない．したがって，必要に応じて他の試験を追加すべきである．

1．灰化試験

1.1 強熱残分

容器の切片約 5 g を精密に量り，強熱残分試験法〈*2.44*〉により操作して，試験を行う．

1.2 重金属

容器の切片の適当量を磁製るつぼにとり，重金属試験法第 2 法〈*1.07*〉により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える．

1.3 鉛

第 1 法：容器の切片 2.0 g を白金製又は石英製るつぼにとり，硫酸 2 mL で潤し，徐々に加熱して乾固した後，450 ～ 500 ℃ で灰化する．必要ならばこの操作を繰り返す．冷後，残留物を水で潤し，塩酸 2 ～ 4 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸 1 ～ 5 mL を加え，加温して溶かす．次にクエン酸一水和物溶液（1 → 2)/塩酸混液（1：1）0.5 ～ 1 mL 及び加熱した酢酸アンモニウム溶液（2 → 5）0.5 ～ 1 mL を加える．不溶物が残るときはガラスろ過器（G3）でろ過する．得られたろ液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える．これに硫酸アンモニウム溶液（2 → 5）10 mL 及び水を加えて 100 mL とする．次に *N*,*N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 20）20 mL を加えて混和し，数分間放置した後，4-メチル-2-ペンタノン 20.0 mL を加えて激しく振り混ぜる．これを静置して 4-メチル-2-ペンタノン層を分取し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．

別に鉛標準液 2.0 mL をとり，水を加えて正確に 10 mL とし，この液 1.0 mL にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中の鉛濃度を定量する．

使用ガス：

　可燃性ガス　アセチレン又は水素

　支燃性ガス　空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

第 2 法：容器の切片を 5 mm 角以下に細断し，その 2.0 g をビーカーにとり，2-ブタノン 50 mL 及び硝酸 0.1 mL を加えて加温し，溶解する．これにメタノール 96 mL を徐々に加えて樹脂分を沈殿させた後，吸引ろ過する．

ビーカー及び樹脂分をメタノール 12 mL，次に水 12 mL で洗い，洗液とろ液を合わせて減圧で約 10 mL になるまで濃縮し，分液漏斗に移す．これに酢酸エチル 10 mL 及び水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，静置し，水層を分取し，これを蒸発乾固する．残留物に塩酸 5 mL を加え，加温して溶かす．次にクエン酸一水和物溶液（1 → 2)/塩酸混液（1：1）1 mL 及び加温した酢酸アンモニウム溶液（2 → 5）1 mL を加える．不溶物が残るときはガラスろ過器（G3）でろ過する．得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える．これに硫酸アンモニウム溶液（2 → 5）10 mL 及び水を加えて 100 mL とする．次に *N*,*N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 20）20 mL を加えて混和し，数分間放置した後，4-メチル-2-ペンタノン 20.0 mL を加え，激しく振り混ぜる．これを静置して 4-メチル-2-ペンタノン層を分取し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．

別に鉛標準液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 2.0 mL をとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液につき，第 1 法と同じ条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中の鉛濃度を定量する．

1.4 カドミウム

第 1 法：カドミウム標準液 2.0 mL にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，以下 1.3 の第 1 法の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．1.3 の第 1 法の試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中のカドミウム濃度を定量する．

使用ガス：

　可燃性ガス　アセチレン又は水素

　支燃性ガス　空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8 nm

第 2 法：カドミウム標準液 2.0 mL にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，以下 1.3 の第 2 法の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．1.3 の第 2 法の試料溶液及び標準溶液につき，第 1 法と同じ条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液中のカドミウム濃度を定量する．

1.5 スズ

容器の切片を 5 mm 角以下に細断し，その 5.0 g をケルダールフラスコにとり，硫酸/硝酸混液（1：1）30 mL を加え，マッフル炉で穏やかに加熱しながら内容物が褐色澄明の液になるまで，時々，硫酸/硝酸混液（1：1）を少量ずつ滴加して分解する．次に液の色が淡黄色澄明となるまで加熱した後，徐々に濃縮し，液をほとんど蒸発乾固するまで加熱する．冷後，残留物に塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，25

mL のメスフラスコ（A）にとる．次に残りの液を 25 mL のビーカー（B）に水 10 mL を用いて移し，ブロモクレゾールグリン試液 2 滴を加え，薄めたアンモニア水（28）（1 → 2）を用いて中和し，中和に要した容量を *a* mL とする．次に A に液の色がわずかに微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加した後，少量の L-アスコルビン酸を脱色するまで加える．次に 1 mol/L 塩酸試液 1.5 mL，クエン酸一水和物溶液（1 → 10）5 mL，薄めたアンモニア水（28）（1 → 2）*a* mL 及びポリビニルアルコール試液 2.5 mL を順次加え，更にフェニルフルオロン・エタノール試液 5.0 mL 及び水を加えて 25 mL とし，よく振り混ぜて約 20 分間静置し，これを試料溶液とする．

別にスズ標準液 1.0 mL を正確に量り，水 5 mL を加え，液の色がわずかに微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加し，以下，試料溶液と同様に操作して得た液を標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 510 nm の吸光度を測定する．

2．溶出物試験

容器のできるだけ湾曲が少なく，厚さが均一な部分をとって切断し，厚みが 0.5 mm 以下のときは，表裏の表面積の合計が約 1200 cm^2 になるように，また，厚みが 0.5 mm を超えるときは，約 600 cm^2 になるように切断片を集め，更にこれらを，通例，長さ約 5 cm，幅約 0.5 cm の大きさに細断し，水で洗った後，室温で乾燥する．これを内容約 300 mL の硬質ガラス製容器に入れ，水 200 mL を正確に加え，適当に密栓した後，高圧蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 1 時間加熱した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，この内容液を試験液とする．

なお，複合材料容器の場合は，容器に表示容量の水を入れて抽出を行ってもよい．ただし，抽出液量と材料面積の比を記録しておくこと．

また，容器が 121 ℃ で変形する場合は，耐えられる最高温度で抽出する．その場合，温度と抽出時間の関係は次の通りとする：100 ± 2 ℃, 2 ± 0.2 時間；70 ± 2 ℃, 24 ± 2 時間；50 ± 2 ℃, 72 ± 2 時間；37 ± 1 ℃, 72 ± 2 時間．

別に水につき，同様の方法で操作し空試験液を調製する．ただし，複合材料容器の場合は，水を空試験液とする．試験液及び空試験液につき，次の試験を行う．

（i）泡立ち　試験液 5 mL を内径約 15 mm，長さ約 200 mm の共栓試験管に入れ，3 分間激しく振り混ぜ，生じた泡がほとんど消失するまでの時間を測定する．

（ii）pH〈*2.54*〉　試験液及び空試験液 20 mL ずつをとり，これに塩化カリウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液 1.0 mL ずつを加え，両液の pH を測定し，その差を算出する．

（iii）過マンガン酸カリウム還元性物質　試験液 20 mL を共栓三角フラスコにとり，0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 20.0 mL 及び希硫酸 1 mL を加え，3 分間煮沸し，冷後，これにヨウ化カリウム 0.10 g を加えて密栓し，振り混ぜて 10 分間放置した後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 5 滴）．別に空試験液 20.0 mL を用い，同様に操作する．試験液及び空試験液の 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液消費量の差を算出する．

（iv）紫外吸収スペクトル　試験液につき，空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 220 ～ 240 nm の区間及び 241 ～ 350 nm のそれぞれの区間での最大吸光度を記録する．

（v）蒸発残留物　試験液 20 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，その質量を量る．

3．微粒子試験

容器の内外を試験に用いる水でよく洗い，容器に表示された内容量の水又は 0.9 w/v% 塩化ナトリウム溶液を入れ，表示内容量 500 mL につき容器内の空気の量が約 50 mL となるようにして密栓した後，高圧蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 25 分間加熱し，2 時間放冷した後に取り出し，常温で約 24 時間静置する．なお，容器が 121 ℃ で変形する場合にあっては，溶出物試験の温度・時間条件に関する規定を準用する．次に容器の外部を清浄にし，5 ～ 6 回転倒混和した後，直ちに容器のゴム栓にフィルターのない清浄な輸液セットの針をさし，穏やかに振り混ぜながら，流出液を清浄な測定用容器にとり，試験液とする．試験液につき，次の微粒子試験法によって試験を行い，試験液 1.0 mL 中の 5 ～ 10 μm，10 ～ 25 μm 及び 25 μm 以上の微粒子数を測定する．

微粒子試験法　微粒子の測定は，塵埃の少ない清浄な設備内又は装置内で光遮蔽型自動微粒子測定装置を用いて行う．装置のセンサーは，粒子径 1.5 μm 以上の微粒子が測定できるものを用い，測定用量は 10 mL とする．装置をあらかじめ調整した後，その状態で測定する．粒子径及び粒子数の校正は，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子を水又は 0.9 w/v% 塩化ナトリウム溶液に懸濁させた液を用いて行う．

試験液をかき混ぜながら粒子径 5 ～ 10 μm，10 ～ 25 μm，25 μm 以上の粒子数をそれぞれ 5 回測定し，初めの測定値を除いた 4 回の平均粒子数から試験液 1.0 mL 中の粒子数を求める．

注意：試験に用いる水及び 0.9 w/v% 塩化ナトリウム溶液は，微粒子試験法により試験するとき，5 ～ 10 μm の粒子数が 1.0 mL につき，0.5 個以下のものを用いる．

4．透明性試験

第 1 法　容器表面に凹凸やエムボス加工などがなく，比較的湾曲の少ない容器の試験に適用できる．

容器の胴部から，できるだけ湾曲が少なく厚さが均一な部分をとって，約 0.9 × 4 cm の大きさに切断したもの 5 個を作り，それぞれを水を満たした紫外線吸収スペクトル測定用セルに浸し，水だけを満たしたセルを対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 450 nm の透過率を測定する．

第 2 法　官能試験　容器表面に凹凸やエムボス加工がある容器の試験に適用できる．また，内容医薬品の析出などによる濁りを見つける必要があるような医薬品の容器の透明性を試験する場合に適用できる．

試　液

ヘキサメチレンテトラミン試液　ヘキサメチレンテトラミン 2.5 g を 25 mL の水に溶かす．

ホルマジン乳濁原液　ヘキサメチレンテトラミン試液に硫酸ヒドラジニウム試液 25 mL を加え 25 ± 3 ℃ で 24 時間放置後使用する．本原液は表面に傷のないガラス容器中で約 2 カ月間有効である．用時よく振り混ぜて用いる．

標準乳濁液　ホルマジン乳濁原液 15 mL を水で薄めて

1000 mL とする．調製後 24 時間以内に使用する．

参照乳濁液　標準乳濁液 50 mL をとり，水で薄めて 100 mL とする．

試　験

（ⅰ）　有対照法　試験容器 2 個を用意し，片方に参照乳濁液を表示容量だけ入れ，他方に水を同じ量だけ入れる．どちらに参照乳濁液を入れたか知らされていない 5 人の被験者それぞれに，個別にこの二つの試料をみせて比較させ，どちらが濁っているかを問い，正解率を求める．

（ⅱ）　無対照法　試験容器 6 個を用意し，番号をふる．その中の 3 個には水を，他の 3 個には参照乳濁液を表示容量だけ入れる．どの容器に何が入っているか知らされていない被験者 5 人を個別に呼び，ランダムな順序でこの 6 個の容器を一つ一つみせて，内容液が濁っているかどうかを問い，水及び参照乳濁液を入れた 2 容器群について，濁っていると判断した率（100 X/15：X は濁っていると判断された試験容器の数）を求める．

5．水蒸気透過性試験

第 1 法　主に水性注射剤容器に適用する．容器に表示された内容量の水を入れ，密封した後，その質量を精密に量る．次に相対湿度 65±5 %，温度 20±2 ℃ で 14 日間放置した後，再び質量を精密に量り，その減量を算出する．

第 2 法　製剤の容器を通した吸湿性の評価に適用する．別に規定するもののほか，次の方法により試験を行う．

乾燥剤　微粉を入れないように注意しながら，水分測定用塩化カルシウムを浅い容器にとり，110 ℃ で 1 時間乾燥後，デシケーター中で放冷する．

操作法　容器 12 個をとり，乾燥布で表面を清浄にし，各容器を 30 回，毎回一様に開閉する．この中の 10 個を試験容器として，残りの 2 個を対照容器として用いる．ねじ付栓は，表 7.02－1 に規定されたトルクで閉める．試験容器 10 個をとり，各々に乾燥剤を内容 20 mL 以上の容器では栓から 13 mm 以内まで，内容 20 mL 未満の容器では容器容積の 2/3 まで加える．内部の深さが 63 mm 以上の容器では，容器と乾燥剤の総質量を最小にするような詰め物かスペーサーを底部に入れてもよいが，容器内の乾燥剤の層は 5 cm 以上になるようにする．乾燥剤を加えた後，直ちにねじ付栓を規定のトルクで閉める．対照容器 2 個をとり，試験容器の質量とほぼ等しくなるようにガラスビーズを加え，同様の強さで閉める．調製した各容器の質量を，内容 20 mL 未満の容器では 0.1 mg 単位まで，内容 20 mL 以上 200 mL 未満の容器では 1 mg 単位まで，内容 200 mL 以上の容器では 10 mg 単位まで精密に量り，相対湿度 75±3 %，温度 20±2 ℃ で保存する．

14 日間放置した後，同様にそれぞれの容器の質量を精密に量る．別に空容器 5 個をとり，水又は微細なガラスビーズのような非圧縮，非流動性の固体で，正しく栓をしたときの表面のレベルまで完全に満たす．それぞれの内容物をメスシリンダーに移し，平均内容量(mL)を量る．水分透過速度(mg/日/L)を次の式により計算する．

水分透過速度（mg/日/L）

$= (1000 / 14V)\ \{(T_f - T_i) - (C_f - C_i)\}$

V：平均内容量（mL）

$T_f - T_i$：各試験容器の最終時と開始時の質量の差（mg）

$C_f - C_i$：2 個の対照容器の最終時と開始時の質量の差の平均（mg）

表 7.02－1　ねじ付容器に適切なトルク

栓の径（mm）	トルク（N・cm）
8	59
10	60
13	88
15	59 ～ 98
18	78 ～ 118
20	88 ～ 137
22	98 ～ 157
24	118 ～ 206
28	137 ～ 235
30	147 ～ 265
33	167 ～ 284
38	196 ～ 294
43	196 ～ 304
48	216 ～ 343
53	235 ～ 402
58	265 ～ 451
63	284 ～ 490
66	294 ～ 510
70	314 ～ 569
83	363 ～ 735
86	451 ～ 735
89	451 ～ 794
100	510 ～ 794
110	510 ～ 794
120	618 ～1069
132	677 ～1069

6．漏れ試験

容器にフルオレセインナトリウム溶液（1 → 1000）をほとんど満たすまで加えて密封した後，容器の上下にろ紙をしき，20 ℃ において，単位面積（cm^2）当たり 6.9 N（0.7 kg）の圧力を 10 分間加え，ろ紙の色をみて漏れを判定する．

7．細胞毒性試験

細胞毒性試験は，プラスチック製医薬品容器材料の培地抽出液の細胞毒性を評価することによって，プラスチック中の毒性物質を検出するためのものである．本法以外にも，適切な標準試験方法を用いることができる．ただし，試験結果に疑義が生じた場合には，結果の判定は本法によるものとする．

細 胞 株

細胞株は L929 細胞（ATCC. CCL1）又は V79（JCRB0603）とする．ただし，あらかじめコロニー形成性や結果の再現性を検定し，それらが記載した細胞株とほぼ同等であれば，他の細胞株を用いることができる．

培　地

イーグルの最小必須培地を用いる．以下に示す物質を水 1000 mL に溶かし，高圧蒸気滅菌器で 121 ℃ で 20 分間加熱して滅菌し，室温まで冷却した後，別に滅菌しておいた炭酸水素ナトリウム試液 22 mL 及びグルタミン試液 10 mL を加える．これに牛胎児血清を 10 vol% の割合になるように加える．

塩化ナトリウム	6.80	g
塩化カリウム	400	mg
リン酸二水素ナトリウム（無水）	115	mg
硫酸マグネシウム（無水）	93.5	mg
塩化カルシウム（無水）	200	mg
ブドウ糖	1.00	g
塩酸 L-アルギニン	126	mg
塩酸 L-リジン	73.0	mg
L-システイン塩酸塩一水和物	31.4	mg
L-チロシン	36.0	mg
L-ヒスチジン塩酸塩一水和物	42.0	mg
L-イソロイシン	52.0	mg
L-ロイシン	52.0	mg
メチオニン	15.0	mg
フェニルアラニン	32.0	mg
L-トレオニン	48.0	mg
L-トリプトファン	10.0	mg
L-バリン	46.0	mg
コハク酸	75.0	mg
コハク酸ナトリウム六水和物	100	mg
重酒石酸コリン	1.8	mg
葉酸	1.0	mg
ミオイノシトール	2.0	mg
ニコチン酸アミド	1.0	mg
D-パントテン酸カルシウム	1.0	mg
塩酸ピリドキサール	1.0	mg
リボフラビン	0.1	mg
塩酸チアミン	1.0	mg
ビオチン	0.02	mg
フェノールレッド	6.0	mg

試　薬

（ⅰ） 炭酸水素ナトリウム試液　炭酸水素ナトリウム 10 g を水に溶かして 100 mL とし，気密状態で 121 ℃ で 20 分間高圧蒸気滅菌するか，孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する．

（ⅱ） グルタミン試液　L-グルタミン 2.92 g を水に溶かして 100 mL とし，孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する．

（ⅲ） リン酸緩衝液　塩化カリウム 0.20 g，リン酸二水素カリウム 0.20 g，塩化ナトリウム 8.00 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 1.15 g を水に溶かして 1000 mL とし，高圧蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 20 分間加熱する．

（ⅳ） トリプシン試液　トリプシン 0.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.2 g をリン酸緩衝液に溶かして 1000 mL とし，孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターでろ過して滅菌する．

（ⅴ） 希ホルムアルデヒド試液　ホルムアルデヒド液を水で 10 倍に薄める．

（ⅵ） 希ギムザ試液　ギムザ試液を希釈液で約 50 倍に薄め，ろ紙でろ過して不溶物を除く．用時製する．

（ⅶ） 希釈液　リン酸二水素カリウム 4.54 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 4.75 g を水に溶かして 1000 mL とする．

器具及び装置

（ⅰ） ピペット　パスツールピペット，駒込ピペット，メスピペット，チップ式微量ピペット

（ⅱ） スクリューキャップ式ガラス瓶　50 ～ 1000 mL

（ⅲ） プラスチック製滅菌遠心沈殿管　15 mL 及び 50 mL

（ⅳ） プラスチック製滅菌培養フラスコ　25 cm^2 又は 75 cm^2

（ⅴ） プラスチック製滅菌培養プレート（24 穴）

（ⅵ） 顕微鏡　倒立顕微鏡及び実体顕微鏡

（ⅶ） 炭酸ガス培養器　炭酸ガス濃度を 5 % に，温度を 37 ℃ に維持する．

対照材料及び対照物質

（ⅰ） 陰性対照材料　ポリエチレンフィルム

（ⅱ） 陽性対照材料 A　ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛を 0.1 % 含有するポリウレタンフィルム

（ⅲ） 陽性対照材料 B　ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛を 0.25 % 含有するポリウレタンフィルム

（ⅳ） 対照物質　ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛及びジブチルジチオカルバミン酸亜鉛（試薬 1 級）

操　作

（ⅰ） 試験試料　容器材料が均一な場合は，試料容器を 2 × 15 mm 角程度に細切して試験試料とする．多層の材料の場合は，片面の面積が 2.5 cm^2 の試料を容器から切り出し，細切せずに試験試料とする．

（ⅱ） 試験溶液の調製　試験試料をスクリューキャップ式ガラス瓶又はプラスチック製滅菌遠心沈殿管にとり，軽く栓をし，清浄なアルミニウム箔で覆い，121 ℃ で 20 分間高圧蒸気滅菌する．試験試料が高圧蒸気滅菌に耐えない場合は，適切な条件で酸化エチレン（EO）ガス滅菌を行い，残留 EO の影響のないように十分にエアレーションを行う．試験試料の片面 2.5 cm^2 に対して 1 mL，又は 1 g に対して 10 mL の培地を加えて軽く栓をした後，炭酸ガス培養器に移し，24 時間静置して抽出する．抽出液をあらかじめ高圧蒸気滅菌しておいたガラス瓶又はプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し，これを 100 % 試験溶液とする．この試験溶液を新鮮な培地を用いて 2 倍ずつの系列希釈を行い，50 %，25 %，12.5 %，6.25 %，3.13 % などの試験溶液とする．

（ⅲ） 細胞浮遊液の調製　細胞を培養しておいたプラスチック製滅菌培養フラスコから培地を除き，リン酸緩衝液適当量を静かに加えて，フラスコをゆっくり 2，3 回傾けて細胞層を洗った後，リン酸緩衝液を捨てる．トリプシン試液を細胞層が露出しない程度に加え，フラスコの栓をして，炭酸ガ

ス培養器に入れ，1 ～ 2 分間放置する．フラスコを培養器から取り出し，顕微鏡ではがれ具合いを観察する．培地適当量を加え，パスツールピペットで静かにピペッティングして，細胞をフラスコ壁面から完全にはがす．この液をプラスチック製滅菌遠心沈殿管に移し，1 分間 800 ～ 1000 回転で 2 ～ 5 分間遠心分離する．上清を捨て，新しいリン酸緩衝液を適当量加えて，パスツールピペットでピペッティングした後，再度遠心分離する．上清を捨て，新しい培地を一定量加えた後，パスツールピペットで静かにピペッティングして，均一な細胞浮遊液をつくる．細胞濃度を血球計算盤を用いて測る．

（iv） 細胞毒性試験　細胞浮遊液を培地で薄めて，細胞濃度を 100 個/mL にする．この 0.5 mL ずつをプラスチック製滅菌培養プレートの各穴に分注する．培養プレートを炭酸ガス培養器中で 4 ～ 6 時間静置して，細胞をプレートの底面に接着させる．培養プレートの各穴の培地を捨て，先に調製した種々の濃度の試験溶液又は新しい培地 0.5 mL をそれぞれ別の穴に加える．それぞれの濃度の試験溶液あるいは新しい培地について，それぞれ 4 穴を使用する．培養プレートは直ちに炭酸ガス培養器に戻し所定の期間培養する．培養期間は L929 細胞では 7 ～ 9 日間，V79 細胞では 6 ～ 7 日間とする．培養終了後，培養プレートから試験溶液などを捨て，希ホルムアルデヒド試液を適当量加えて，約 30 分間放置して細胞を固定する．各穴から希ホルムアルデヒド試液を捨て，希ギムザ試液を適当量加える．コロニーがよく染色されたのを確認した後，希ギムザ試液を捨て，各穴のコロニー数を数える．各濃度の試験溶液でのコロニー数を平均し，その値を培地のみのときのコロニー数の平均値で除して，当該試験液濃度のコロニー形成率（%）を算出する．片対数グラフ用紙の対数軸に試験溶液濃度（%）を，もう片方の軸にコロニー形成率をとり，得られた結果をプロットし，増殖阻害曲線を得る．この曲線から，コロニー形成率が 50 % となる試験溶液濃度（IC_{50}（%））を読み取る．

なお，必要に応じて対照材料又は対照物質を試験して，試験の感度や再現性を確かめることが望ましい．

プラスチック製水性注射剤容器

水性注射剤に使用するプラスチック製容器をいう．容器は，内容医薬品と作用してその有効性，安全性，安定性に影響を与えず，また，内容剤が微生物汚染しないものであり，次の規格に適合する．

1．ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器

容器は，接着剤を使用していないもので，ポリエチレン製又はポリプロピレン製のものをいう．

（1） 透明性　容器は，透明性試験・第 1 法で試験したとき，透過率は 55 % 以上でなければならない．第 1 法で試験できない場合は，透明性試験・第 2 法，（ii）無対照法によって試験を行う．その場合，容器に水を入れた試料を“濁っている”と判断した率は 20 % 未満であり，容器に参照乳濁液を入れた試料を“濁っている”と判断した率は 80 % 以上でなければならない．

（2） 外観　使用上差し支えを生じるようなすじ，きず，泡，またはその他の欠点のないものである．

（3） 水蒸気透過性　第 1 法に従って試験したとき，減量は 0.20 % 以下である．

（4） 重金属　検液の色は比較液より濃くない．ただし，容器切片採取量は 1.0 g とする．

（5） 鉛　第 1 法によって操作し，標準溶液と比較したとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

（6） カドミウム　第 1 法によって操作し，標準溶液と比較したとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

（7） 強熱残分　残分は 0.1 % 以下である．

（8） 溶出物

（i） 泡立ち　生じた泡は 3 分以内にほとんど消失する．

（ii） pH　試験液と空試験液の差は 1.5 以下である．

（iii） 過マンガン酸カリウム還元性物質　0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液の消費量の差は 1.0 mL 以下である．

（iv） 紫外吸収スペクトル　波長 220 nm 以上 241 nm 未満における吸光度は 0.08 以下，波長 241 nm 以上 350 nm 以下における吸光度は 0.05 以下である．

（v） 蒸発残留物　1.0 mg 以下である．

（9） 細胞毒性　IC_{50}（%）は 90 % 以上である．その他の標準試験方法を用いたときは，結果は陰性である．

2．ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器

容器は，接着剤を使用していないもので，ポリ塩化ビニルの単一重合体よりなり，可塑剤としてフタル酸ジ（2–エチルヘキシル）のみを使用しているものとする．また，容器は，水蒸気の透過を防ぐため容易に取り除けるもので包装することができる．この場合，水蒸気透過性試験はこの包装を施したものについて行う．

（1） 厚さ　容器の袋の部分の厚さを異なった 5 箇所について測定するとき，その最大値と最小値の差は 0.05 mm 以内である．

（2） 透明性　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（1）を準用する．

（3） 外観　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（2）を準用する．

（4） 漏れ　漏れ試験に従って試験したとき，漏れはない．

（5） 柔軟性　漏れ試験を行った容器のゴム栓に針をさすとき，液は容器内を空気で置換することなくほとんど排出する．

（6） 水蒸気透過性　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（3）を準用する．

（7） 重金属　検液の色は比較液より濃くない．ただし，容器切片採取量は 1.0 g とする．

（8） 鉛　第 2 法によって操作し，標準溶液と比較したとき，試験溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

（9） カドミウム　第 2 法によって操作し，標準溶液と比較したとき，試験溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

(10) スズ　試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない．

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

却したガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフランを加えて 20 mL とし，試料溶液とする．

試料溶液及び塩化ビニル標準液 10 μL につき，次の操作条件 1 及び 2 でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，いずれの操作条件においても，試料溶液の塩化ビニルのピーク高さは，標準液のピーク高さより大きくない．

操作条件 1

検出器：水素炎イオン化検出器

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

カラム温度：60 ～ 70 ℃ の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：塩化ビニルの保持時間が約 1.5 分になるように調整する．

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

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

操作条件 2

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 1.5 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル–ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.06 ～ 0.08 μm，100 ～ 200 m^2/g）を充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：塩化ビニルの保持時間が約 3 分になるように調整する．

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

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

(12)　微粒子　微粒子の数は，試験液 1.0 mL につき，5 ～ 10 μm 100 個以下，10 ～ 25 μm 10 個以下及び 25 μm 以上 1 個以下である．

(13)　強熱残分　残分は 0.1 % 以下である．

(14)　溶出物　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（8）を準用する．

(15)　細胞毒性　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（9）を準用する．

3．その他の水性注射剤容器

以下の規格に適合するほかに，重金属，強熱残分，溶出物などに関する当該容器の材質に固有の規格を満足する．

（1）　透明性　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（1）を準用する．

（2）　外観　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（2）を準用する．

（3）　水蒸気透過性　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（3）を準用する．

（4）　細胞毒性　ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器（9）を準用する．

7.03　輸液用ゴム栓試験法

輸液用ゴム栓は，輸液として用いる注射剤に使用する内容 100 mL 以上の容器に用いるゴム栓（プラスチック等の材料でコーティング又はラミネートしたものを含む．）をいう．使用するゴム栓は内容医薬品と物理的又は化学的に作用してその性状又は品質に影響を与えないもので，また，微生物の侵入を防止し，内容輸液の使用に支障を与えないものであり，次の規格に適合する．

（1）　カドミウム　ゴム栓を水で洗い，室温で乾燥した後，細かく切り，よく混ぜた後，その 2.0 g を白金製又は石英製るつぼにとり，硫酸 2 mL で潤し，徐々に加熱して乾固した後，450 ～ 500 ℃ で灰化する．もし灰化が不十分ならば硫酸 1 mL で潤し，加熱して乾固し，灰化する．必要ならばこの操作を繰り返す．冷後，残留物を水で潤し，塩酸 2 ～ 4 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸 1 ～ 5 mL を加え，加温して溶かす．次にクエン酸一水和物溶液（1 → 2）/塩酸混液（1：1）0.5 ～ 1 mL 及び加熱した酢酸アンモニウム溶液（2 → 5）0.5 ～ 1 mL を加える．不溶物が残るときはガラスろ過器でろ過する．得られた液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，液の色が黄色から緑色になるまでアンモニア試液を加える．これに硫酸アンモニウム溶液（2 → 5）10 mL 及び水を加えて 100 mL とする．次に *N*,*N*–ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 20）20 mL を加えて混和し，数分間放置した後，4–メチル–2–ペンタノン 20.0 mL を加え，激しく振り混ぜる．これを静置して 4–メチル–2–ペンタノン層を分取し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にカドミウム標準液 10.0 mL をとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：カドミウム中空陰極ランプ

波長：228.8 nm

（2）　鉛　鉛標準液 1.0 mL をとり，クエン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 4）10 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，以下（1）の試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．（1）の試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試

料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

（3） 溶出物試験　ゴム栓を水で洗った後，室温で乾燥する．これを硬質ガラス製容器に入れ，試料質量の 10 倍量の水を正確に加え，適当な栓を施した後，高圧蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 1 時間加熱した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，速やかにゴム栓を除き，この液を試験液とする．別に水につき，同様の方法で空試験液を調製する．試験液及び空試験液につき，次の試験を行う．

（i） 性状　試験液は無色澄明で，空試験液を対照とし，層長 10 mm で波長 430 nm 及び 650 nm の透過率を測定するとき，それぞれ 99.0 % 以上である．

（ii） 泡立ち　試験液 5 mL を内径約 15 mm，長さ約 200 mm の共栓試験管に入れ，3 分間激しく振り混ぜるとき，生じた泡は 3 分間以内にほとんど消失する．

（iii） pH〈*2.54*〉　試験液及び空試験液 20 mL ずつをとり，これに塩化カリウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液 1.0 mL ずつを加え，両液の pH を測定するとき，その差は 1.0 以下である．

（iv） 亜鉛　試験液 10.0 mL に薄めた希硝酸（1 → 3）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液 1.0 mL をとり，薄めた希硝酸（1 → 3）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

原子吸光光度用亜鉛標準液　亜鉛標準原液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL は亜鉛（Zn）0.01 mg を含む．

（v） 過マンガン酸カリウム還元性物質　試験液 100 mL を共栓三角フラスコにとり，0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 10.0 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，3 分間煮沸する．冷後，これにヨウ化カリウム 0.10 g を加えて密栓し，振り混ぜて 10 分間放置した後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 5 滴）．別に空試験液 100 mL を用い，同様に操作する．0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液の消費量の差は 2.0 mL 以下である．

（vi） 蒸発残留物　試験液 100 mL をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（vii） 紫外吸収スペクトル　試験液につき，空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 220 ～ 350 nm における吸光度は，0.20 以下である．

（4） 急性毒性試験　試験液につき，空試験液を対照とし，次の条件で試験を行うとき，適合する．

試験液及び空試験液の調製：ゴム栓を水及び注射用水で順次洗い，汚染を避けて室温で乾燥する．これを硬質ガラス製容器に入れ，試料質量の 10 倍量の生理食塩液を加え，適当な栓を施した後，高圧蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 1 時間加熱した後，硬質ガラス製容器を取り出して室温になるまで放置し，これを試験液とする．別に同様の方法で空試験液を調製する．

（i） 試験条件

試験動物　体重 17 ～ 23 g の均一系又は純系の雄マウスを用いる．

操作法　試験動物は各群を 10 匹とし，試験動物の体重 1 kg につき，それぞれ 50 mL を静脈内注射する．

（ii） 判定　注射後 5 日間観察するとき，異常又は死亡を認めない．

（5） 発熱性物質試験　（4）の試験液につき，空試験液を対照とし，発熱性物質試験〈*4.04*〉を行うとき，これに適合する．

（6） 溶血性試験　（4）の試験液 10 mL にウサギ脱繊維血 0.1 mL を加え，37 ℃ で 24 時間放置するとき，溶血を認めない．別に対照として空試験液 10 mL をとり，同様に操作する．

8. その他

8.01 滅菌法及び無菌操作法並びに超ろ過法

（1）滅菌法及び無菌操作法

1 滅菌法

滅菌とは，物質中のすべての微生物を殺滅又は除去することをいう．滅菌法は，一般に，微生物の種類，汚染状況，滅菌されるものの性質及び状態に応じて，その方法の適切な選択と操作法及び条件の適正化を検討して行う．

滅菌の適否は，通例，無菌試験法によって判定する．

滅菌操作は，温度，圧力などが目的とする滅菌条件に適合していることを十分に確認して行わなければならない．

なお，滅菌条件の選定又は滅菌効果の確認などを行うとき，それぞれの滅菌方法に適した滅菌指標体を用いることができる．

2 無菌操作法

無菌操作法は，無菌医薬品を製造する場合，医薬品を最終容器（医薬品が最終的に用いる容器のことをいう）に充てんした後，滅菌する方法である最終滅菌法を適用しない医薬品に用いる技術であり，ろ過滅菌後，又は原料段階から一連の無菌工程により無菌医薬品を製造するために用いる方法をいう．

本操作法を用いて無菌医薬品を製造する場合は，通例，あらかじめ使用するすべての器具及び材料を滅菌した後，環境微生物数及び微粒子数が適切に管理された無菌設備内において，適切な無菌操作法を用いて一定の無菌性保証水準を得られるように行う．

（2）超ろ過法

超ろ過法とは，すべての種類の微生物及びエンドトキシンを除去する能力を持つ逆浸透膜，限外ろ過膜又はこれらの膜を組み合わせた膜ろ過装置を用い，十字流ろ過方式で水をろ過する方法である．

超ろ過により「注射用水」を製するときは，通例，前処理設備，注射用水製造設備及び注射用水供給設備を用いる．前処理設備は原水から固形物，溶存塩類及びコロイドなどを除去し，注射用水製造設備の負荷を軽減させるために，注射用水製造設備の前に設置する．本設備は凝集装置，沈降分離装置，ろ過装置，塩素殺菌装置，酸化・還元装置，残留塩素除去装置，精密ろ過装置，逆浸透装置，限外ろ過装置及びイオン交換装置などを原水の品質に応じて適切に組み合わせて構成される．注射用水製造設備は前処理水供給装置，紫外線殺菌装置，熱交換装置，膜モジュール，洗浄・殺菌用装置などから構成される．注射用水供給設備は，使用量の変動に対応するための貯水タンク，「注射用水」を使用箇所まで供給する配管，熱交換装置，循環ポンプ，調圧装置などから構成され，通例，超ろ過により製した「注射用水」を 80 ℃ 以上で循環，保持するなどにより微生物の増殖を阻止する．

本法を「注射用水」の製造に用いるときは，膜モジュールに微生物及び分子量約 6000 以上の物質を除去できる能力を持つものを用いる．

9. 標準品，標準液，試薬・試液，計量器・用器等

標準品

9.01 標準品

標準品は，日本薬局方に規定された試験に用いるために，一定の品質に調製されたものである．

日本薬局方標準品は，次のとおりである．

名　　称	用　　途
アクチノマイシン D 標準品	確認試験，定量法
アクラルビシン標準品	定量法
アザチオプリン標準品	確認試験，定量法
アジスロマイシン標準品	確認試験，定量法
アスコルビン酸標準品	定量法
アズトレオナム標準品	確認試験，純度試験，定量法
アストロマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
アスピリン標準品	定量法
アスポキシシリン標準品	確認試験，純度試験，定量法
アセグルタミド標準品	確認試験，純度試験，定量法
アセトアミノフェン標準品	確認試験，定量法
アドレナリン酒石酸水素塩標準品	純度試験
アトロピン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
アミカシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
アミトリプチリン塩酸塩標準品	確認試験，溶出性，定量法
アミノ安息香酸エチル標準品	定量法
アムホテリシン B 標準品	確認試験，純度試験，定量法
アモキシシリン標準品	確認試験，定量法
アルプロスタジル標準品	確認試験，純度試験，定量法
アルベカシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
アンピシリン標準品	確認試験，純度試験，定量法
イコサペント酸エチル標準品	確認試験，純度試験，定量法
イセパマイシン硫酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
イソフルラン標準品	確認試験，純度試験，定量法
イダルビシン塩酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，定量法
イドクスウリジン標準品	確認試験，定量法
イミプラミン塩酸塩標準品	確認試験，溶出性，定量法
イミペネム標準品	確認試験，製剤均一性，定量法

名　　称	用　　途
インスリン標準品	純度試験，定量法
インターロイキン−2 標準品	定量法
インドメタシン標準品	確認試験，純度試験，溶出性，定量法
ウリナスタチン標準品	定量法
高分子量ウロキナーゼ標準品	定量法
エストラジオール安息香酸エステル標準品	確認試験，純度試験，定量法
エストリオール標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
エチニルエストラジオール標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
エテンザミド標準品	定量法
エトポシド標準品	確認試験，定量法
エドロホニウム塩化物標準品	確認試験，定量法
エピチオスタノール標準品	純度試験，定量法
エピルビシン塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
エリスロマイシン標準品	確認試験，純度試験，定量法
エルカトニン標準品	定量法
エルゴカルシフェロール標準品	確認試験，定量法
エルゴメトリンマレイン酸塩標準品	純度試験，製剤均一性，定量法
エンドトキシン 100 標準品	エンドトキシン試験法〈*4.01*〉
エンドトキシン 10000 標準品	エンドトキシン試験法〈*4.01*〉
エンビオマイシン硫酸塩標準品	定量法
オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
オキシトシン標準品	純度試験，定量法
カナマイシン一硫酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
カフェイン標準品	定量法
ガベキサートメシル酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
カモスタットメシル酸塩標準品	確認試験，定量法
カリジノゲナーゼ標準品	定量法
カルビドパ標準品	確認試験，純度試験，定量法
カルモナムナトリウム標準品	確認試験，純度試験，定量法
d−カンフル標準品	定量法
dl−カンフル標準品	定量法
ギトキシン標準品	純度試験
ギンセノシド Rb_1 標準品	確認試験，定量法
ギンセノシド Rg_1 標準品	確認試験，定量法
グアイフェネシン標準品	確認試験，定量法
クラブラン酸リチウム標準品	定量法
グラミシジン標準品	確認試験，定量法

名　　称	用　　途
クラリスロマイシン標準品	確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法
グリセオフルビン標準品	確認試験，純度試験，定量法
グリチルリチン酸標準品	確認試験，定量法
クリンダマイシン塩酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
クリンダマイシンリン酸エステル標準品	確認試験，純度試験，定量法
クロキサシリンナトリウム標準品	確認試験，純度試験，定量法
クロフィブラート標準品	確認試験，定量法
クロミフェンクエン酸塩標準品	確認試験，定量法
クロラムフェニコール標準品	確認試験，定量法
クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品	定量法
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品	確認試験，定量法
クロルジアゼポキシド標準品	確認試験，純度試験，定量法
クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，定量法
クロルマジノン酢酸エステル標準品	確認試験，定量法
ゲンタマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
ゴナドレリン酢酸塩標準品	確認試験，定量法
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品	確認試験，定量法
コリスチン硫酸塩標準品	定量法
コルチゾン酢酸エステル標準品	確認試験，定量法
コレカルシフェロール標準品	確認試験，定量法
サイクロセリン標準品	確認試験，定量法
シアノコバラミン標準品	確認試験，純度試験，定量法
ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品	定量法
ジギトキシン標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
シクラシリン標準品	確認試験，定量法
ジクロキサシリンナトリウム標準品	確認試験，定量法
シクロスポリン標準品	確認試験，純度試験，定量法
ジクロフェナミド標準品	確認試験，純度試験，溶出性，定量法
ジゴキシン標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
シスプラチン標準品	確認試験，定量法
シソマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
シッカニン標準品	確認試験，定量法
ジノスタチンスチマラマー標準品	確認試験，定量法
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品	定量法

名　　称	用　　途
ジベカシン硫酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
シュウ酸カルシウム一水和物標準品	熱分析法〈*2.52*〉
ジョサマイシン標準品	確認試験，成分含量比，定量法
ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品	確認試験，定量法
ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品	純度試験，定量法
シロスタゾール標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
スウェルチアマリン標準品	確認試験，定量法
スコポラミン臭化水素酸塩標準品	確認試験，定量法
ストレプトマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品	成分含量比，定量法
スピロノラクトン標準品	確認試験，定量法
スペクチノマイシン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
スルタミシリントシル酸塩標準品	確認試験，定量法
スルバクタム標準品	純度試験，定量法
スルファジアジン銀標準品	確認試験，定量法
スルフィンピラゾン標準品	確認試験，定量法
スルベニシリンナトリウム標準品	確認試験，定量法
血清性性腺刺激ホルモン標準品	定量法
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品	純度試験，定量法
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品	定量法
セファクロル標準品	確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法
セファゾリン標準品	純度試験，定量法
セファトリジンプロピレングリコール標準品	確認試験，定量法
セファドロキシル標準品	確認試験，定量法
セファピリンナトリウム標準品	確認試験，定量法
セファレキシン標準品	定量法
セファロチンナトリウム標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフィキシム標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフェピム塩酸塩標準品	確認試験，定量法
セフォジジムナトリウム標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフォゾプラン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
セフォタキシム標準品	純度試験，定量法
セフォチアム塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，異性体比，定量法
セフォテタン標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフォペラゾン標準品	定量法

名　　称	用　　途
セフカペンピボキシル塩酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，定量法
セフジトレンピボキシル標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
セフジニル標準品	確認試験，純度試験，溶出性，定量法
セフスロジンナトリウム標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフタジジム標準品	確認試験，定量法
セフチゾキシム標準品	純度試験，定量法
セフチブテン塩酸塩標準品	定量法
セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品	定量法
セフトリアキソンナトリウム標準品	確認試験，定量法
セフピラミド標準品	純度試験，定量法
セフピロム硫酸塩標準品	確認試験，定量法
セフブペラゾン標準品	定量法
セフポドキシムプロキセチル標準品	確認試験，異性体比，定量法
セフミノクスナトリウム標準品	確認試験，定量法
セフメタゾール標準品	定量法
セフメノキシム塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
セフロキサジン標準品	確認試験，定量法
セフロキシムアキセチル標準品	確認試験，純度試験，異性体比，定量法
セフロキシムナトリウム標準品	確認試験，定量法
セラセフェート標準品	確認試験
センノシド A 標準品	確認試験，定量法
センノシド B 標準品	定量法
ダウノルビシン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
タランピシリン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
チアミラール標準品	定量法
チアミン塩化物塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
チロジン標準品	定量法，消化力試験法〈*4.03*〉
ツボクラリン塩化物塩酸塩標準品	確認試験，定量法
テイコプラニン標準品	確認試験，定量法
デキサメタゾン標準品	確認試験，定量法
テストステロンプロピオン酸エステル標準品	確認試験，定量法
デスラノシド標準品	確認試験，純度試験，定量法
テトラサイクリン塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
デフェロキサミンメシル酸塩標準品	確認試験，定量法
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
ドキシサイクリン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
ドキソルビシン塩酸塩標準品	確認試験，定量法

名　　称	用　　途
トコフェロール標準品	確認試験，純度試験，定量法
トコフェロールコハク酸エステル標準品	定量法
トコフェロール酢酸エステル標準品	確認試験，定量法
トコフェロールニコチン酸エステル標準品	確認試験，定量法
ドブタミン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
トブラマイシン標準品	確認試験，定量法
トラザミド標準品	確認試験，定量法
トラネキサム酸標準品	確認試験，純度試験，溶出性，定量法
トリアムシノロン標準品	確認試験，定量法
トリアムシノロンアセトニド標準品	確認試験，定量法
トリクロルメチアジド標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
トリコマイシン標準品	定量法
トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
トルナフタート標準品	確認試験，定量法
トルブタミド標準品	溶出性
トロンビン標準品	定量法
ナイスタチン標準品	確認試験，純度試験，定量法
ニコチン酸標準品	確認試験，定量法
ニコチン酸アミド標準品	確認試験，定量法
無水乳糖標準品	確認試験
乳糖標準品	確認試験
ニルバジピン標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品	確認試験，定量法
ネチルマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品	純度試験，定量法
ノルゲストレル標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
バイカリン標準品	確認試験，定量法
バカンピシリン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
バクロフェン標準品	確認試験，溶出性，定量法
バシトラシン標準品	確認試験，定量法
バソプレシン標準品	定量法
パニペネム標準品	定量法
パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品	純度試験
バンコマイシン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
ビサコジル標準品	確認試験，定量法
ヒトインスリン標準品	確認試験，定量法
ヒドロクロロチアジド標準品	確認試験，定量法
ヒドロコルチゾン標準品	確認試験，純度試験，定量法
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品	確認試験，定量法
ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品	確認試験，定量法
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品	確認試験，定量法
ピブメシリナム塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
ヒプロメロースフタル酸エステル標準品	確認試験
ピペラシリン標準品	定量法
ピマリシン標準品	確認試験，定量法
ピラルビシン標準品	確認試験，純度試験，定量法
ピリドキシン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
ピロールニトリン標準品	確認試験，定量法
ビンブラスチン硫酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，定量法
ファロペネムナトリウム標準品	確認試験，製剤均一性，定量法
フィトナジオン標準品	定量法
フェネチシリンカリウム標準品	定量法
プエラリン標準品	確認試験，定量法
フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品	定量法
フラジオマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
プラバスタチン 1, 1, 3, 3–テトラメチルブチルアンモニウム標準品	確認試験，定量法
プリミドン標準品	定量法
フルオキシメステロン標準品	確認試験，定量法
フルオシノニド標準品	確認試験，定量法
フルオシノロンアセトニド標準品	確認試験，定量法
フルオロメトロン標準品	確認試験，定量法
フルスルチアミン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
ブレオマイシン A_2 塩酸塩標準品	定量法
プレドニゾロン標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
プレドニゾロンコハク酸エステル標準品	確認試験，定量法
プレドニゾロン酢酸エステル標準品	確認試験，定量法
プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品	確認試験，定量法
プロゲステロン標準品	確認試験，定量法
フロセミド標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
プロタミン硫酸塩標準品	純度試験
プロベネシド標準品	確認試験，溶出性，定量法
フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品	純度試験，定量法
ペオニフロリン標準品	確認試験，定量法
ベカナマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法

名　　称	用　　途
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品	確認試験，定量法
ベタメタゾン標準品	確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法
ベタメタゾン吉草酸エステル標準品	確認試験，定量法
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品	確認試験，定量法
ヘパリンナトリウム標準品	抗ヘパリン試験，定量法
低分子量ヘパリン標準品	抗第Ⅱa 因子活性，定量法
含糖ペプシン標準品	定量法
ペプロマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
ペルフェナジン標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
ベルベリン塩化物標準品	確認試験，定量法
ベンジルペニシリンカリウム標準品	確認試験，定量法
ペントバルビタール標準品	純度試験，定量法
ホスフェストロール標準品	確認試験，溶出性，定量法
ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品	定量法
ポビドン標準品	確認試験
ホリナートカルシウム標準品	確認試験，定量法
ポリミキシン B 硫酸塩標準品	確認試験，定量法
マイトマイシン C 標準品	確認試験，定量法
マルトース標準品	定量法
ミクロノマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
ミデカマイシン標準品	確認試験，定量法
ミデカマイシン酢酸エステル標準品	確認試験，定量法
ミノサイクリン塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
ムピロシンリチウム標準品	純度試験，定量法
メキシレチン塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
メコバラミン標準品	確認試験，定量法
メストラノール標準品	確認試験，定量法
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
メチルジゴキシン標準品	確認試験，定量法
メチルテストステロン標準品	確認試験，製剤均一性，定量法
メチルドパ標準品	確認試験，定量法
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品	確認試験，純度試験，定量法
メトキサレン標準品	確認試験，定量法
メトトレキサート標準品	確認試験，定量法
メナテトレノン標準品	確認試験，純度試験，定量法
メロペネム標準品	確認試験，定量法
融点標準品　アセトアニリド	融点測定法〈*2.60*〉
融点標準品　アセトフェネチジン	融点測定法〈*2.60*〉
融点標準品　カフェイン	融点測定法〈*2.60*〉
融点標準品　スルファニルアミド	融点測定法〈*2.60*〉
融点標準品　スルファピリジン	融点測定法〈*2.60*〉
融点標準品　ワニリン	融点測定法〈*2.60*〉
ユビデカレノン標準品	確認試験，定量法
葉酸標準品	確認試験，定量法
ラクツロース標準品	純度試験，定量法
ラタモキセフアンモニウム標準品	純度試験，定量法
ラナトシド C 標準品	確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法
ラニチジン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
リゾチーム標準品	定量法
リトドリン塩酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
リファンピシン標準品	確認試験，純度試験，定量法
リボスタマイシン硫酸塩標準品	確認試験，定量法
リボフラビン標準品	確認試験，定量法
リマプロスト標準品	純度試験，定量法
リンコマイシン塩酸塩標準品	確認試験，純度試験，定量法
レセルピン標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
レチノール酢酸エステル標準品	確認試験，ビタミンA 定量法〈*2.55*〉
レチノールパルミチン酸エステル標準品	確認試験，ビタミンA 定量法〈*2.55*〉
レナンピシリン塩酸塩標準品	確認試験，定量法
ロイコマイシン A_5 標準品	成分含量比，定量法
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品	確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法
ロキシスロマイシン標準品	確認試験，純度試験，定量法
ロキソプロフェン標準品	定量法
ロキタマイシン標準品	確認試験，定量法
ワルファリンカリウム標準品	確認試験，製剤均一性，定量法

標準液

9.21　容量分析用標準液

容量分析用標準液は，濃度が精密に知られた試薬溶液で，主として容量分析に用いるものである．

容量分析用標準液には規定のモル濃度に調製された液を用いる．それぞれの標準液につき規定された物質 1 モルが 1000 mL 中に正確に含まれるように調製した溶液が 1 モル濃度溶液であり，1 mol/L で表す．

また必要に応じて，それらを一定の割合に薄めた液を用いる．例えば 1 mol/L 溶液を 10 倍容量に薄めたものは 0.1 mol/L 溶液である．

容量分析用標準液は，別に規定するもののほか，無色又は遮光した共栓瓶に入れ，保存する．

調製及び標定

容量分析用標準液は，次のいずれかの方法によって調製し，規定された濃度 n（mol/L）からのずれの度合いは，ファクター f により表す．日本薬局方では，通例，ファクター f が 0.970 ～ 1.030 の範囲にあるように調製する．ファクターを決定する操作を標定という．

(1) 純物質約 1 モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を精密に量り，規定の溶媒に溶かして正確に 1000 mL とし，規定の濃度 n（mol/L）に近似する濃度の標準液を調製する．この場合，秤量した純物質の質量（g）をその物質 1 モルの質量（g）で除し，更に規定されたモル濃度を表す数値 n で除した値をその標準液のファクター f とする．もし，純物質が得られない場合は，純度が正確にわかっている純度の高い物質を用いて差し支えない．

(2) 純物質又は純度が正確にわかっている純度の高い物質が得られない場合，それぞれの標準液につき定められた物質約 1 モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を量り，規定の溶媒に溶かして約 1000 mL とし，規定された濃度 n（mol/L）付近の標準液を調製する．この標準液の正確な濃度を知るため，標定操作を行ってそれぞれの標準液のファクター f を定める．標定法には直接法と間接法がある．

a) 直接法

標準試薬などそれぞれの標準液について規定された物質の規定量を精密に量り，規定の溶媒に溶かした後，この液を調製した標準液で滴定し，次の式を用いてそれぞれの標準液のファクター f を定める．

$$f = \frac{1000\ m}{V\ M\ n}$$

M：標準液の調製に用いた物質（例えば，1 mol/L 塩酸であれば塩酸）1 モルに対応する標準試薬などの質量（g）

m：標準試薬などの採取量（g）

V：調製した標準液の消費量（mL）

n：調製した標準液の規定されたモル濃度を表す数値（例えば，濃度 0.02 mol/L の標準液であれば，n = 0.02）

b) 間接法

直接に標準試薬などを用いない場合，調製した標準液の一定量 V_2（mL）をとり，ファクター既知（f_1）の規定の滴定用標準液を用いて滴定し，次の式を用いて調製した標準液のファクター（f_2）を計算する．

$$f_2 = \frac{V_1 \times f_1}{V_2}$$

f_1：滴定用標準液のファクター

f_2：調製した標準液のファクター

V_1：滴定用標準液の消費量（mL）

V_2：調製した標準液の採取量（mL）

(3) ファクター既知の標準液の一定容量をとり，規定の方法で正確に希釈し，規定の濃度 n（mol/L）の標準液を調製する．この場合，元の標準液のファクターと希釈して調製した標準液のファクターとは変わらないものとする．

0.1 mol/L 亜鉛液

1000 mL 中亜鉛（Zn：65.41）6.541 g を含む．

調　製　亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110 ℃ で 5 分間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その 6.541 g に希塩酸 80 mL 及び臭素試液 2.5 mL を加え，静かに加温して溶かし，煮沸して過量の臭素を除き，水を加えて正確に 1000 mL とする．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液

1000 mL 中亜硝酸ナトリウム（$NaNO_2$：69.00）6.900 g を含む．

調　製　亜硝酸ナトリウム 7.2 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　ジアゾ化滴定用スルファニルアミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.44 g を精密に量り，塩酸 10 mL，水 40 mL 及び臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加えて溶かし，15 ℃ 以下に冷却した後，調製した亜硝酸ナトリウム液で，滴定終点検出法〈2.50〉の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 17.22 mg $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$

注意：遮光して保存する．長く保存したものは，標定し直して用いる．

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24）37.224 g を含む．

調　製　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 38 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110 ℃ で 5 分間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 1.3 g を精密に量り，希塩酸 20 mL 及び臭素試液 8 滴を加え，穏やかに加温して溶かし，煮沸して過量の臭素を追い出した後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水酸

化ナトリウム溶液（1 → 50）を加えて中性とし，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え，調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
　＝ 6.541 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24）18.612 g を含む．

調　製　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 19 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110 ℃ で 5 分間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.8 g を精密に量り，希塩酸 12 mL 及び臭素試液 5 滴を加え，穏やかに加温して溶かし，煮沸して過量の臭素を追い出した後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）を加えて中性とし，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え，調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
　＝ 3.271 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24）7.445 g を含む．

調　製　エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 7.5 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に準じる．ただし，亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い，次に水洗し，更にアセトンで洗った後，110 ℃ で 5 分間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，約 0.3 g を精密に量り，希塩酸 5 mL 及び臭素試液 5 滴を加え，以下同様に操作する．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
　＝ 1.308 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24）3.7224 g を含む．

調　製　用時，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24）0.37224 g を含む．

調　製　用時，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ．

0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ．

0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液

1000 mL 中塩化チタン（Ⅲ）（$TiCl_3$：154.23）15.423 g を含む．

調　製　塩化チタン（Ⅲ）75 mL に塩酸 75 mL を加え，新たに煮沸して冷却した水を加えて 1000 mL とし，遮光したため付きビュレットに入れ，空気を水素で置換し，48 時間放置した後に使用する．用時，次の標定を行う．

標　定　硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物 3 g を 500 mL の広口三角フラスコに量り，二酸化炭素を通じながら，新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えて溶かし，薄めた硫酸（27 → 100）25 mL を加え，二酸化炭素を通じながら，速やかに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 40 mL を正確に加える．これにほとんど終点近くまで，調製した塩化チタン（Ⅲ）液を加えた後，直ちにチオシアン酸アンモニウム 5 g を加え，塩化チタン（Ⅲ）液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

注意：空気を水素で置換して保存する．

0.1 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物（$BaCl_2 \cdot 2H_2O$：244.26）24.426 g を含む．

調　製　塩化バリウム二水和物 24.5 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した塩化バリウム液 20 mL を正確に量り，塩酸 3 mL を加えて加温する．あらかじめ加温した薄めた硫酸（1 → 130）40 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱した後，一夜放置する．この液をろ過し，ろ紙上の残留物を，ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後，ろ紙と共にるつぼに移し，強熱灰化する．冷後，硫酸 2 滴を加え，再び約 700 ℃ で 2 時間強熱する．冷後，残留物の質量を精密に量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量とし，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 23.34 mg $BaSO_4$

0.02 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物（$BaCl_2 \cdot 2H_2O$：244.26）4.885 g を含む．

調　製　塩化バリウム二水和物 4.9 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した塩化バリウム液 100 mL を正確に量り，塩酸 3 mL を加えて加温する．あらかじめ加温した薄めた硫酸（1 → 130）40 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱した後，一夜放置する．この液をろ過し，ろ紙上の残留物を，ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後，ろ紙と共にるつぼに移し，強熱灰化する．冷後，硫酸 2 滴を加え，再び約 700 ℃ で 2 時間強熱する．冷後，残留物の質量を精密に量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量とし，ファクターを計算する．

0.02 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 4.668 mg $BaSO_4$

0.01 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物（$BaCl_2 \cdot 2H_2O$：244.26）2.4426 g を含む．

調　製　用時，0.02 mol/L 塩化バリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.05 mol/L 塩化マグネシウム液

1000 mL 中塩化マグネシウム六水和物（$MgCl_2 \cdot 6H_2O$：203.30）10.165 g を含む．

調　製　塩化マグネシウム六水和物 10.2 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した塩化マグネシウム液 25 mL を正確に量り，水 50 mL，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉し，ファクターを計算する．ただし，滴定の終点は，終点近くでゆっくり滴定し，液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．

0.01 mol/L 塩化マグネシウム液

1000 mL 中塩化マグネシウム六水和物（$MgCl_2 \cdot 6H_2O$：203.30）2.0330 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L 塩化マグネシウム液に水を加えて正確に 5 倍容量とする．

2 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）72.92 g を含む．

調　製　塩酸 180 mL に水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 塩酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム（標準試薬）約 1.5 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，滴定〈*2.50*〉する．

2 mol/L 塩酸 1 mL = 106.0 mg Na_2CO_3

1 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）36.461 g を含む．

調　製　塩酸 90 mL に水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　炭酸ナトリウム（標準試薬）を 500 ～ 650 ℃ で 40 ～ 50 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.8 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，調製した塩酸で滴定〈*2.50*〉し，ファクターを計算する（指示薬法：メチルレッド試液 3 滴，又は電位差滴定法）．ただし，指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し，ゆるく栓をして冷却するとき，持続するだいだい色～だいだい赤色を呈するときとする．電位差滴定は，被滴定液を激しくかき混ぜながら行い，煮沸しない．

1 mol/L 塩酸 1 mL = 52.99 mg Na_2CO_3

0.5 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）18.230 g を含む．

調　製　塩酸 45 mL に水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 塩酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，滴定〈*2.50*〉する．

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 26.50 mg Na_2CO_3

0.2 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）7.292 g を含む．

調　製　塩酸 18 mL に水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 塩酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.15 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，滴定〈*2.50*〉する．

0.2 mol/L 塩酸 1 mL = 10.60 mg Na_2CO_3

0.1 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）3.6461 g を含む．

調　製　用時，0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 5.299 mg Na_2CO_3

0.05 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）1.8230 g を含む．

調　製　用時，0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 4 倍容量とする．

0.02 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）0.7292 g を含む．

調　製　用時，0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.01 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）0.36461 g を含む．

調　製　用時，0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 20 倍容量とする．

0.001 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸（HCl：36.46）0.036461 g を含む．

調　製　用時，0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 200 倍容量とする．

0.1 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸（$HClO_4$：100.46）10.046 g を含む．

調　製　過塩素酸 8.7 mL を酢酸（100）1000 mL 中に約 20 ℃ に保ちながら徐々に加える．約 1 時間放置後，この液 3.0 mL をとり，別途，水分（g/dL）を速やかに測定する（廃棄処理時には水を加える）．この液を約 20 ℃ に保ちながら，無水酢酸〔〔水分（g/dL）− 0.03〕× 52.2〕mL を振り混ぜながら徐々に加え，24 時間放置した後，次の標定を行う．

標　定　フタル酸水素カリウム（標準試薬）を 105 ℃ で 4 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，調製した過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬法：クリスタルバイオレット試液 3 滴，又は電位差滴定法）．ただし，指示薬法の終点は青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.42 mg $KHC_6H_4(COO)_2$

注意：湿気を避けて保存する．

0.05 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸（$HClO_4$：100.46）5.023 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に 2 倍容量とする．ただし，非水滴定用酢酸 8.0 mL を量り，水分（g/dL）を速やかに測定し，0.03（g/dL）を超えるときは，この非水滴定用酢酸 1000 mL につき，無水酢酸〔〔水分（g/dL）− 0.03〕× 52.2〕mL を加えたものを用いる．

0.02 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸（$HClO_4$：100.46）2.0092 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に 5 倍容量とする．ただし，非水滴定用酢酸 8.0 mL を量り，水分（g/dL）を速やかに測定し，0.03（g/dL）を超えるときは，この非水滴定用酢酸 1000 mL につき，無水酢酸〔〔水分（g/dL）− 0.03〕× 52.2〕mL を加えたものを用いる．

0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液　を見よ．

0.05 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.05 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液　を見よ．

0.004 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.004 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液　を見よ．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸（$HClO_4$：100.46）10.046 g を含む．

調　製　過塩素酸 8.5 mL に 1,4–ジオキサンを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　フタル酸水素カリウム（標準試薬）を 105 ℃ で 4 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.5 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 80 mL に溶かし，クリスタルバイオレット試液 3 滴を加え，調製した過塩素酸・1,4–ジオキサン液で青色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液 1 mL
= 20.42 mg $KHC_6H_4(COO)_2$

注意：湿気を避け，冷所に保存する．

0.05 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸（$HClO_4$：100.46）5.023 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液に 1,4–ジオキサンを加えて正確に 2 倍容量とする．

0.004 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸（$HClO_4$：100.46）0.4018 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液に 1,4–ジオキサンを加えて正確に 25 倍容量とする．

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液

1000 mL 中過塩素酸バリウム〔$Ba(ClO_4)_2$：336.23〕1.6812 g を含む．

調　製　過塩素酸バリウム 1.7 g を水 200 mL に溶かし，2–プロパノールを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した過塩素酸バリウム液 20 mL を正確に量り，メタノール 55 mL 及びアルセナゾⅢ試液 0.15 mL を加え，0.005 mol/L 硫酸で液の紫色が赤紫色を経て赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000 mL 中過マンガン酸カリウム（$KMnO_4$：158.03）3.1607 g を含む．

調　製　過マンガン酸カリウム 3.2 g を水に溶かし，1000 mL とし，15 分間煮沸して密栓し，48 時間以上放置した後，ガラスろ過器（G3 又は G4）を用いてろ過し，次の標定を行う．

標　定　シュウ酸ナトリウム（標準試薬）を 150 ～ 200 ℃ で 1 ～ 1.5 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.3 g を 500 mL の三角フラスコに精密に

量り，水 30 mL に溶かし，薄めた硫酸（1 → 20）250 mL を加え，液温を 30 ～ 35 ℃ とし，調製した過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ，穏やかにかき混ぜながら，その 40 mL を速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に 55 ～ 60 ℃ に加温して滴定を続け，30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．ただし，終点前の 0.5 ～ 1 mL は注意して滴加し，過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の 1 滴を加える．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL
= 6.700 mg $Na_2C_2O_4$

注意：遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000 mL 中過マンガン酸カリウム（$KMnO_4$：158.03）0.31607 g を含む．

調　製　用時，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.05 mol/L 酢酸亜鉛液

1000 mL 中酢酸亜鉛二水和物〔$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$：219.53〕10.977 g を含む．

調　製　酢酸亜鉛二水和物 11.1 g に水 40 mL 及び希酢酸 4 mL を加えて溶かし，水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 20 mL を正確に量り，水 50 mL，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え，調製した酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．滴定の終点は液の青色が青紫色に変わるときとする．

0.02 mol/L 酢酸亜鉛液

1000 mL 中酢酸亜鉛二水和物〔$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$：219.53〕4.391 g を含む．

調　製　酢酸亜鉛二水和物 4.43 g に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　0.05 mol/L 酢酸亜鉛液に準じる．ただし，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 20 mL を正確に量り，標定する．

0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液

1000 mL 中に酢酸ナトリウム（CH_3COONa：82.03）8.203 g を含む．

調　製　無水酢酸ナトリウム 8.20 g を酢酸（100）に溶かし 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した酢酸ナトリウム液 25 mL を正確に量り，酢酸（100）50 mL 及び *p*–ナフトールベンゼイン試液 1 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で液の黄褐色が黄色を経て緑色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 三塩化チタン液

0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液　を見よ．

1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液

1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液　を見よ．

0.05 mol/L シュウ酸液

1000 mL 中シュウ酸二水和物（$C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$：126.07）6.303 g を含む．

調　製　シュウ酸二水和物 6.3 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製したシュウ酸液 25 mL を 500 mL の三角フラスコに正確に量り，10 ～ 15 分間煮沸し，27±3 ℃ に冷却した薄めた硫酸（1 → 20）200 mL を加え，新たに標定した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ，穏やかにかき混ぜながら，その 22 mL を速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に 55 ～ 60 ℃ に加温して滴定を続け，30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．ただし，終点前の 0.5 ～ 1 mL は注意して滴加し，過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の 1 滴を加える．

注意：遮光して保存する．

0.005 mol/L シュウ酸液

1000 mL 中シュウ酸二水和物（$C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$：126.07）0.6303 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L シュウ酸液に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.005 mol/L シュウ酸ナトリウム液

1000 mL 中シュウ酸ナトリウム（$Na_2C_2O_4$：134.00）0.6700 g を含む．

調　製　シュウ酸ナトリウム（標準試薬）を 150 ～ 200 ℃ で 2 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.6700 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，ファクターを計算する．

0.05 mol/L 臭素液

1000 mL 中臭素（Br：79.90）7.990 g を含む．

調　製　臭素酸カリウム 2.8 g 及び臭化カリウム 15 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した臭素液 25 mL をヨウ素瓶中に正確に量り，水 120 mL，次に塩酸 5 mL を速やかに加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜる．これにヨウ化カリウム試液 5 mL を加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜて 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液

1000 mL 中臭素酸カリウム（$KBrO_3$：167.00）2.7833 g を含む．

調　製　臭素酸カリウム 2.8 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した臭素酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶中に正確に量り，ヨウ化カリウム 2 g 及び希硫酸 5 mL を加え，密栓して 5 分間放置した後，水 100 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）16.987 g を含む．

調　製　硝酸銀 17.0 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　塩化ナトリウム（標準試薬）を 500 ～ 650 ℃ で 40 ～ 50 分間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 80 mg を精密に量り，水 50 mL に溶かし，強くかき混ぜながら，調製した硝酸銀液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する（指示薬法：フルオレセインナトリウム試液 3 滴，又は電位差滴定法：銀電極）．ただし，指示薬法の滴定の終点は，液の黄緑色が黄色を経てだいだい色を呈するときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

注意：遮光して保存する．

0.02 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）3.3974 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.01 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）1.6987 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.005 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）0.8494 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 20 倍容量とする．

0.001 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）0.16987 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 100 倍容量とする．

0.01 mol/L 硝酸ビスマス液

1000 mL 中硝酸ビスマス五水和物〔$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$：485.07〕4.851 g を含む．

調　製　硝酸ビスマス五水和物 4.86 g を希硝酸 60 mL に溶かし，水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した硝酸ビスマス液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及びキシレノールオレンジ試液 1 滴を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤色が黄色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

1 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム（KOH：56.11）56.11 g を含む．

調　製　水酸化カリウム 65 g を水 950 mL に溶かし，これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し，液をよく混ぜて密栓し，24 時間放置した後，上澄液を傾斜するか，又はガラスろ過器（G3 又は G4）を用いてろ過し，次の標定を行う．

標　定　アミド硫酸（標準試薬）をデシケーター（減圧，シリカゲル）で約 48 時間乾燥し，その約 2.5 g を精密に量り，新たに煮沸して冷却した水 25 mL に溶かし，ブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，調製した水酸化カリウム液で緑色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

1 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 97.09 mg $HOSO_2NH_2$

注意：密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた瓶に保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.5 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム（KOH：56.11）28.053 g を含む．

調　製　水酸化カリウム 32 g をとり，1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 水酸化カリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸（標準試薬）約 1.3 g を精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.5 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 48.55 mg $HOSO_2NH_2$

注意：1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム（KOH：56.11）5.611 g を含む．

調　製　水酸化カリウム 6.5 g をとり，1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 水酸化カリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸（標準試薬）約 0.25 g を精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 9.709 mg $HOSO_2NH_2$

注意：1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000 mL 中水酸化カリウム（KOH：56.11）28.053 g を含む．

調　製　水酸化カリウム 35 g を水 20 mL に溶かし，無アルデヒドエタノールを加えて 1000 mL とし，密栓し，24 時間放置した後，上澄液を速やかに傾斜してとり，次の標定を行う．

標　定　0.25 mol/L 硫酸 15 mL を正確に量り，水 50 mL を加え，調製した水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する（指示薬法：フェノールフタ

レイン試液 2 滴，又は電位差滴定法）．ただし，指示薬法の滴定の終点は淡赤色を呈するときとする．

注意：遮光した瓶に密栓して保存する．標定は用時行う．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000 mL 中水酸化カリウム（KOH：56.11）5.611 g を含む．

調　製　水酸化カリウム 7 g をとり，0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じて調製し，次の標定を行う．

標　定　0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じる．ただし，0.05 mol/L 硫酸 15 mL を正確に量り，滴定〈2.50〉する．

注意：0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じて保存する．標定は用時行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）39.997 g を含む．

調　製　水酸化ナトリウム 42 g を水 950 mL に溶かし，これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し，液をよく混ぜて密栓し，24 時間放置した後，上澄液を傾斜するか，又はガラスろ過器（G 3 又は G4）を用いてろ過し，次の標定を行う．

標　定　アミド硫酸（標準試薬）をデシケーター（減圧，シリカゲル）で約 48 時間乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，新たに煮沸して冷却した水 25 mL に溶かし，調製した水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する（指示薬法：ブロモチモールブルー試液 2 滴，又は電位差滴定法）．ただし，指示薬法の滴定の終点は緑色を呈するときとする．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 97.09 mg $HOSO_2NH_2$

注意：密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた瓶に保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）19.999 g を含む．

調　製　水酸化ナトリウム 22 g をとり，1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸（標準試薬）約 0.7 g を精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
＝ 48.55 mg $HOSO_2NH_2$

注意：1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）7.999 g を含む．

調　製　水酸化ナトリウム 9 g をとり，1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸（標準試薬）約 0.3 g を精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
＝ 19.42 mg $HOSO_2NH_2$

注意：1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）3.9997 g を含む．

調　製　水酸化ナトリウム 4.5 g をとり，1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し，次の標定を行う．

標　定　1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる．ただし，アミド硫酸（標準試薬）約 0.15 g を精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
＝ 9.709 mg $HOSO_2NH_2$

注意：1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）1.9999 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）0.7999 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム（NaOH：40.00）0.39997 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液

1000 mL 中チオシアン酸アンモニウム（NH_4SCN：76.12）7.612 g を含む．

調　製　チオシアン酸アンモニウム 8 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に量り，水 50 mL，硝酸 2 mL 及び硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加え，振り動かしながら，調製したチオシアン酸アンモニウム液で持続する赤褐色を呈するまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

注意：遮光して保存する．

0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液

1000 mL 中チオシアン酸アンモニウム（NH_4SCN：76.12）1.5224 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液に水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18）24.818 g を含む．

調　製　チオ硫酸ナトリウム五水和物 25 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.2 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，1000 mL とし，24 時間放置した後，次の標定を行う．

標　定　ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ～ 140 ℃で 1.5 ～ 2 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 50 mg をヨウ素瓶に精密に量り，水 25 mL に溶かし，ヨウ化カリウム 2 g 及び希硫酸 10 mL を加え，密栓し，10 分間放置した後，水 100 mL を加え，遊離したヨウ素を調製したチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬法，又は電位差滴定法：白金電極）．ただし，指示薬法の滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 3.567 mg KIO_3

注意：長く保存したものは標定し直して用いる．

0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18）12.409 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18）4.964 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18）2.4818 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18）1.2409 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 20 倍容量とする．

0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18）0.4964 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 50 倍容量とする．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液

1000 mL 中テトラフェニルホウ酸ナトリウム〔$NaB(C_6H_5)_4$：342.22〕6.844 g を含む．

調　製　テトラフェニルホウ酸ナトリウム 7.0 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　フタル酸水素カリウム（標準試薬）0.5 g を量り，水 100 mL に溶かし，酢酸（31）2 mL を加え，水浴中で 50 ℃ に加温し，かき混ぜながら，調製したテトラフェニルホウ酸ナトリウム液 50 mL をビュレットから徐々に加えた後に急冷し，常温で 1 時間放置する．生じた沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）にろ取し，テトラフェニルボロンカリウム試液 5 mL ずつで 3 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥し，その質量を精密に量り，テトラフェニルボロンカリウム〔$KB(C_6H_5)_4$：358.32〕の量とし，ファクターを計算する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.167 mg $KB(C_6H_5)_4$

注意：用時調製する．

0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液　を見よ．

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラブチルアンモニウムヒドロキシド〔$(C_4H_9)_4NOH$：259.47〕25.947 g を含む．

調　製　用時，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド 26.0 g に対応する量の 10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，2-プロパノールを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，アセトン 50 mL に溶かし，調製した 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 12.21 mg C_6H_5COOH

注意：密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$：91.15〕18.231 g を含む．

調　製　用時，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 18.4 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 60 mL に溶かし，調製した 0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬法：チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴，又は電位差滴定法）．ただし，指示薬法の滴定の終点は青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計

算する．

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
＝ 24.42 mg C_6H_5COOH

注意：密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$：91.15〕9.115 g を含む．

調　製　用時，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 9.2 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，水を加えて 1000 mL とし，次の標定〈2.50〉を行う．

標　定　0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる．ただし，安息香酸約 0.2 g を精密に量り，滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
＝ 12.21 mg C_6H_5COOH

注意：密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$：91.15〕1.8231 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$：91.15〕9.115 g を含む．

調　製　用時，テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 9.2 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり，メタノールを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる．

注意：密栓して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液

1000 mL 中ナトリウムメトキシド（CH_3ONa：54.02）5.402 g を含む．

調　製　ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後，ベンゼンを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし，チモールブルー・*N*,*N*–ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え，調製したナトリウムメトキシド液で青色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
＝ 12.21 mg C_6H_5COOH

注意：湿気を避けて，冷所に保存する．標定は用時行う．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・ジオキサン液

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4–ジオキサン液　を見よ．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4–ジオキサン液

1000 mL 中ナトリウムメトキシド（CH_3ONa：54.02）5.402 g を含む．

調　製　ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後，1,4–ジオキサンを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド 80 mL を加えて溶かし，チモールブルー・*N*,*N*–ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え，調製したナトリウムメトキシド・1,4–ジオキサン液で青色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4–ジオキサン液 1 mL
＝ 12.21 mg C_6H_5COOH

注意：湿気を避けて，冷所に保存する．標定は用時行う．

1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液

1000 mL 中二クロム酸カリウム（$K_2Cr_2O_7$：294.18）4.903 g を含む．

調　製　二クロム酸カリウム（標準試薬）を粉末とし，100 ～ 110 °C で 3 ～ 4 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 4.903 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，ファクターを計算する．

0.1 mol/L フェリシアン化カリウム液

0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液　を見よ．

0.05 mol/L フェリシアン化カリウム液

0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液　を見よ．

0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液

1000 mL 中ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム〔$K_3Fe(CN)_6$：329.24〕32.924 g を含む．

調　製　ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム 33 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製したヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り，ヨウ化カリウム 2 g 及び希塩酸 10 mL を加え，密栓して 15 分間放置した後，硫酸亜鉛試液 15 mL を追加し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，

補正し，ファクターを計算する．

注意：遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液

1000 mL 中ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム〔$K_3Fe(CN)_6$：329.24〕16.462 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.05 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I：126.90）12.690 g を含む．

調　製　ヨウ素 13 g をヨウ化カリウム溶液（2 → 5）100 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製したヨウ素液 15 mL を正確に量り，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉し，ファクターを計算する（指示薬法：デンプン試液，又は電位差滴定法：白金電極）．ただし，指示薬法の滴定の終点は，液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．

注意：遮光して保存する．長く保存したものは，標定し直して用いる．

0.01 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I：126.90）2.5381 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.005 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I：126.90）1.2690 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.002 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I：126.90）0.5076 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 25 倍容量とする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム（KIO_3：214.00）10.700 g を含む．

調　製　ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ～ 140 ℃で 1.5 ～ 2 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 10.700 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，ファクターを計算する．

1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム（KIO_3：214.00）3.567 g を含む．

調　製　ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ～ 140 ℃で 2 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その 3.567 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，ファクターを計算する．

1/1200 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム（KIO_3：214.00）0.17833 g を含む．

調　製　ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ～ 140 ℃で 1.5 ～ 2 時間乾燥した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.17833 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，ファクターを計算する．

0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液

1000 mL 中ラウリル硫酸ナトリウム（$C_{12}H_{25}NaO_4S$：288.38）2.8838 g を含む．

調　製　ラウリル硫酸ナトリウム 2.9 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　定量用塩酸パパベリンを乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水に溶かし正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 5 mL，希硫酸 5 mL 及びジクロロメタン 60 mL を加え，更に指示薬として，メチルエローのジクロロメタン溶液（1 → 500）5 ～ 6 滴を加え，強く振り混ぜながら，調製した 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液で，最小目盛り 0.02 mL のビュレットを用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は，0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，ジクロロメタン層の黄色がだいだい赤色に変わるときとする．

0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 1 mL
= 3.759 mg $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

0.5 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）49.04 g を含む．

調　製　硫酸 30 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う．

標　定　炭酸ナトリウム（標準試薬）を 500 ～ 650 ℃で 40 ～ 50 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，その約 0.8 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，調製した硫酸で滴定〈*2.50*〉し，ファクターを計算する（指示薬法：メチルレッド試液 3 滴，又は電位差滴定法）．ただし，指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し，ゆるく栓をして冷却するとき，持続するだいだい色～だいだい赤色を呈するときとする．電位差滴定法は，被滴定液を激しくかき混ぜながら行い，煮沸しない．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 52.99 mg Na_2CO_3

0.25 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）24.520 g を含む．

調　製　硫酸 15 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う．

標　定　0.5 mol/L 硫酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，滴定〈*2.50*〉する．

0.25 mol/L 硫酸 1 mL = 26.50 mg Na_2CO_3

0.1 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）9.808 g を含む．

調　製　硫酸 6 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う．

標　定　0.5 mol/L 硫酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.15 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 硫酸 1 mL = 10.60 mg Na_2CO_3

0.05 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）4.904 g を含む．

調　製　硫酸 3 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え，放冷し，次の標定を行う．

標　定　0.5 mol/L 硫酸に準じる．ただし，炭酸ナトリウム（標準試薬）約 80 mg を精密に量り，水 30 mL に溶かし，滴定〈2.50〉する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 5.299 mg Na_2CO_3

0.025 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）2.4520 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする．

0.01 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）0.9808 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.005 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）0.4904 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする．

0.0005 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸（H_2SO_4：98.08）0.04904 g を含む．

調　製　用時，0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 100 倍容量とする．

0.1 mol/L 硫酸亜鉛液

1000 mL 中硫酸亜鉛七水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58）28.758 g を含む．

調　製　硫酸亜鉛七水和物 28.8 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した硫酸亜鉛液 25 mL を正確に量り，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で，液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（II）液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄（II）六水和物〔$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$：392.14〕39.214 g を含む．

調　製　硫酸アンモニウム鉄（II）六水和物 40 g を硫酸 30 mL 及び水 300 mL の混液を冷却した液に溶かし，水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した硫酸アンモニウム鉄（II）液 25 mL を正確に量り，水 25 mL 及びリン酸 5 mL を加え，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉し，ファクターを計算する．

注意：用時調製する．

0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（II）液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄（II）六水和物〔$Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$：392.14〕7.843 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（II）液に薄めた硫酸（3 → 100）を加えて正確に 5 倍容量とする．

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（III）液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄（III）十二水和物〔$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：482.19〕48.22 g を含む．

調　製　硫酸アンモニウム鉄（III）十二水和物 49 g を硫酸 6 mL 及び水 300 mL の混液を冷却した液に溶かし，水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う．

標　定　調製した硫酸アンモニウム鉄（III）液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り，塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ，ヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かし，密栓して 10 分間放置した後，水 50 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

注意：遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.1 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（II）液　を見よ．

0.02 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（II）液　を見よ．

0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（IV）液　を見よ．

0.01 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（IV）液　を見よ．

0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（III）液　を見よ．

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（IV）液

1000 mL 中硫酸四アンモニウムセリウム（IV）二水和物〔$Ce(NH_4)_4(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$：632.55〕63.26 g を含む．

調　製　硫酸四アンモニウムセリウム（IV）二水和物 64 g を 0.5 mol/L 硫酸に溶かし，1000 mL とし，24 時間放置した後，必要ならばガラスろ過器（G3 又は G4）を用いてろ過

し，次の標定を行う．

標　定　調製した硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り，水 20 mL 及び希硫酸 20 mL を加え，次にヨウ化カリウム 1 g を加えて溶かし，直ちに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正し，ファクターを計算する．

注意：遮光して保存する．長く保存したものは標定し直して用いる．

0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液

1000 mL 中硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）二水和物〔$Ce(NH_4)_4(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$：632.55〕6.326 g を含む．

調　製　用時，0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液に 0.5 mol/L 硫酸を加えて正確に 10 倍容量とする．

9.22 標準液

標準液は日本薬局方における試験において，試験の比較の基礎として用いる液である．

亜鉛標準原液　亜鉛（標準試薬）1.000 g を正確に量り，水 100 mL 及び塩酸 5 mL を加えて徐々に加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

亜鉛標準液　亜鉛標準原液 25 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL は亜鉛（Zn）0.025 mg を含む．

亜鉛標準液，原子吸光光度用　輸液用ゴム栓試験法〈7.03〉 を見よ．

アルミニウム標準原液　アルミニウム 1.0 g をとり，薄めた塩酸（1 → 2）60 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，水を加えて 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 30 mL 及び pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，アンモニア試液を滴加して，pH を約 3 とする．更に，Cu–PAN 試液 0.5 mL を加え，煮沸しながら 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり，1 分間以上持続したときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 0.2698 mg Al

アンモニウム標準液　塩化アンモニウム 2.97 g を正確に量り，アンモニウム試験用精製水に溶かし正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，これにアンモニウム試験用精製水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はアンモニウム（NH_4）0.01 mg を含む．

塩化ビニル標準液　200 mL のメスフラスコに約 190 mL のガスクロマトグラフィー用エタノールを入れ，シリコーンゴム栓をする．このメスフラスコをメタノール・ドライアイス浴で冷却しながら，あらかじめ液化した塩化ビニル 0.20 g をシリコーンゴム栓を通して注入し，更にあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールをシリコーンゴム栓を通して注入し 200 mL とする．次にその 1 mL を正確にとり，これにあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールを加えて正確に 200 mL とし，その 1 mL を正確にとり，これにあらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用エタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準液とする．この液は密封容器に入れ，−20 ℃ 以下で保存する．

カドミウム標準原液　カドミウム地金 1.000 g を正確に量り，希硝酸 100 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，希硝酸を加えて正確に 1000 mL とする．

カドミウム標準液　カドミウム標準原液 10 mL を正確に量り，薄めた希硝酸（1 → 3）を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた希硝酸（1 → 3）を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．この液 1 mL はカドミウム（Cd）0.001 mg を含む．

カリウム標準原液　塩化カリウムを 130 ℃ で 2 時間乾燥し，その 9.534 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はカリウム（K）5.00 mg を含む．

カルシウム標準液　炭酸カルシウム 0.250 g を正確に量り，希塩酸 5 mL 及び水 25 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はカルシウム（Ca）0.1 mg を含む．

カルシウム標準液，原子吸光光度用　炭酸カルシウム 0.250 g を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL はカルシウム（Ca）1.00 mg を含む．

金標準原液　テトラクロロ金（Ⅲ）四水和物 0.209 g を正確に量り，王水 2 mL に溶かし，水浴上で 10 分間加熱した後，1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL は金（Au）1.00 mg を含む．

銀標準原液　硝酸銀 1.575 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL は銀（Ag）1.00 mg を含む．

金標準液，原子吸光光度用　金標準原液 25 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL は金（Au）0.025 mg を含む．

銀標準液，原子吸光光度用　銀標準原液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL は銀（Ag）0.01 mg を含む．

原子吸光光度用亜鉛標準液　輸液用ゴム栓試験法〈7.03〉 を見よ．

原子吸光光度用カルシウム標準液　カルシウム標準液，原子吸光光度用　を見よ．

原子吸光光度用金標準液　金標準液，原子吸光光度用　を見よ．

原子吸光光度用銀標準液　銀標準液，原子吸光光度用　を見よ．

シアン標準原液　シアン化カリウム 2.5 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 100 mL を正確に量り，4–ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 0.5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が赤色を呈するときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.204 mg CN

シアン標準液 シアン（CN）10 mg に相当するシアン標準原液を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 100 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL はシアン（CN）0.01 mg を含む．

シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

硝酸標準液 硝酸カリウム 0.0722 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL は窒素（N）0.01 mg を含む．

水銀標準液 塩化水銀（Ⅱ）をデシケーター（シリカゲル）で 6 時間乾燥し，その 0.0135 g を正確に量り，希硝酸 10 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，希硝酸 10 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL は水銀（Hg）0.1 μg を含む．用時製する．

水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

スズ標準液 スズ 0.250 g を正確に量り，硫酸 10 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，この液を薄めた塩酸（1 → 5）400 mL を用いて 500 mL のメスフラスコに移し，薄めた塩酸（1 → 5）を加えて 500 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた塩酸（1 → 5）を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL はスズ（Sn）0.005 mg を含む．

セレン標準原液 二酸化セレン 1.405 g を正確に量り，0.1 mol/L 硝酸に溶かし，正確に 1000 mL とする．

セレン標準液 セレン標準原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL はセレン（Se）1.0 μg を含む．

炭酸塩 pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

鉄標準液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 86.3 mg を正確に量り，水 100 mL に溶かし，希塩酸 5 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL は鉄（Fe）0.01 mg を含む．

銅標準原液 銅（標準試薬）1.000 g を正確に量り，希硝酸 100 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

銅標準液 銅標準原液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 1 mL は銅（Cu）0.01 mg を含む．

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液 ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 1.000 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム〔$CH_3(CH_2)_{11}C_6H_4SO_3Na$〕0.01 mg を含む．

ナトリウム標準原液 塩化ナトリウム（標準試薬）を 130 ℃で 2 時間乾燥し，その 2.542 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はナトリウム（Na）1.00 mg を含む．

鉛標準原液 硝酸鉛（Ⅱ）159.8 mg を正確に量り，希硝酸 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液の調製及び保存には可溶性鉛塩を含まないガラス容器を用いる．

鉛標準液 鉛標準原液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．この液 1 mL は鉛（Pb）0.01 mg を含む．

ニッケル標準液 硫酸ニッケル（Ⅱ）アンモニウム六水和物 6.73 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はニッケル（Ni）0.005 mg を含む．

粘度計校正用標準液 〔日本工業規格，粘度計校正用標準液（Z 8809）〕

pH 標準液，シュウ酸塩 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

pH 標準液，水酸化カルシウム pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

pH 標準液，炭酸塩 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

pH 標準液，フタル酸塩 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

pH 標準液，ホウ酸塩 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

pH 標準液，リン酸塩 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

ヒ素標準原液 ヒ素試験法〈1.11〉 を見よ．

ヒ素標準液 ヒ素試験法〈1.11〉 を見よ．

フタル酸塩 pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

フッ素標準液 酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉 を見よ．

ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

ホウ素標準液 ホウ酸をデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥し，その 0.286 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて 1000 mL とする．この液 1 mL はホウ素（B）0.5 μg を含む．

水・メタノール標準液 水分測定法〈2.48〉 を見よ．

メタノール標準液 メタノール試験法〈1.12〉 を見よ．

リン酸塩 pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉 を見よ．

リン酸標準液 リン酸二水素カリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥し，その 0.358 g を正確に量り，薄めた硫酸（3 → 10）10 mL 及び水を加えて溶かし正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL はリン酸（PO_4 として）0.025 mg を含む．

9.23 色の比較液

色の比較液は日本薬局方における試験において，色の比較の対照に用いるものである．

色の比較液は，次の比較原液から製する．比較原液は，次の方法によって製し，共栓瓶に保存する．色の比較液を用いて液の色を比較するには，別に規定するもののほか，ネスラー管に入れ，白色の背景を用いて側方から観察する．

塩化コバルトの色の比較原液 塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 を見よ．

塩化コバルト（II）の色の比較原液 塩化コバルト（Ⅱ）六水和物 65 g に塩酸 25 mL 及び水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 75 mL 及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g を加え，更に液の赤紫色がだいだい黄色に変わるまで薄めたアンモニア水（28）（1 → 10）を滴加し，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただ

表 9.23－1　色の比較液

色の比較液の記号	塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液 (mL)	塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 (mL)	硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液 (mL)	水 (mL)
A	0.1	0.4	0.1	4.4
B	0.3	0.9	0.3	3.5
C	0.1	0.6	0.1	4.2
D	0.3	0.6	0.4	3.7
E	0.4	1.2	0.3	3.1
F	0.3	1.2	−	3.5
G	0.5	1.2	0.2	3.1
H	0.2	1.5	−	3.3
I	0.4	2.2	0.1	2.3
J	0.4	3.5	0.1	1.0
K	0.5	4.5	−	−
L	0.8	3.8	0.1	0.3
M	0.1	2.0	0.1	2.8
N	−	4.9	0.1	−
O	0.1	4.8	0.1	−
P	0.2	0.4	0.1	4.3
Q	0.2	0.3	0.1	4.4
R	0.3	0.4	0.2	4.1
S	0.2	0.1	−	4.7
T	0.5	0.5	0.4	3.6

し，滴定の終点近くで薄めたアンモニア水（28）（1 → 10）0.2 mL を加え，滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.379 mg $CoCl_2 \cdot 6H_2O$

滴定によって得た数値から，1 mL 中に塩化コバルト（Ⅱ）六水和物（$CoCl_2 \cdot 6H_2O$：237.93）59.5 mg を含むように，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて比較原液とする．

硫酸銅の色の比較原液　硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液　を見よ．

硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液　硫酸銅（Ⅱ）五水和物 65 g に塩酸 25 mL 及び水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 75 mL，塩化アンモニウム溶液（3 → 50）10 mL，薄めたアンモニア水（28）（1 → 10）2 mL 及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が紫色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.497 mg $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

滴定によって得た数値から，1 mL 中に硫酸銅（Ⅱ）五水和物（$CuSO_4 \cdot 5H_2O$：249.69）62.4 mg を含むように，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて比較原液とする．

塩化第二鉄の色の比較原液　塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液　を見よ．

塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液　塩化鉄（Ⅲ）六水和物 55 g に塩酸 25 mL 及び水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 15 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え，密栓し，暗所で 15 分間放置した後，水 100 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
　= 27.03 mg $FeCl_3 \cdot 6H_2O$

滴定によって得た数値から，1 mL 中に塩化鉄（Ⅲ）六水和物（$FeCl_3 \cdot 6H_2O$：270.30）45.0 mg を含むように，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて比較原液とする．

色の比較液　表 9.23－1 に示すそれぞれの色の比較原液及び水の一定量を 0.1 mL 以下の目盛りのあるビュレット又はピペットを用いて正確に量り，混和して製する．

試薬・試液等

9.41　試薬・試液

試薬は日本薬局方における試験に用いるものである．日本薬局方において容量分析用標準試薬，特級，1 級，水分測定用などと記載したもの又は単に試薬名を記載したものは，それぞれ日本工業規格試薬の容量分析用標準物質，特級，1 級，水分測定用などの規格に適合するもので，試験法は日本工業規格試薬の試験法に従う．日本薬局方の試薬名が日本工業規格と相違する場合は，これを併記する．医薬品各条と記載したものは，医薬品各条の規格に適合するものである．単に試験法を記載してある試薬については，日本薬局方の試験法を準用する．

試液は日本薬局方における試験に用いるために調製した液である．

アウリントリカルボン酸アンモニウム　アルミノン　を見よ．

亜鉛　Zn 〔K 8012，特級〕

亜鉛，ヒ素分析用　Zn 〔K 8012，ひ素分析用〕　粒径約 800 μm のものを用いる．

亜鉛（標準試薬）　Zn 〔K 8005，容量分析用標準物質〕

亜鉛，無ヒ素　亜鉛，ヒ素分析用　を見よ．

亜鉛粉末　Zn 〔K 8013，特級〕

亜鉛末　亜鉛粉末　を見よ．

アクリノール　$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$ 〔医薬品各条，「アクリノール水和物」〕

アクリルアミド　$CH_2CHCONH_2$　微黄色の結晶性粉末である．
　融点　83 ～ 86 ℃
　含量　97.0 % 以上．

アコニチン，純度試験用　$C_{34}H_{47}NO_{11}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリル又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 185 ℃（分解）．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3500 cm^{-1}，1718 cm^{-1}，1278 cm^{-1}，1111 cm^{-1}，1097 cm^{-1} 及び 717 cm^{-1} 付

近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（230 nm）：211 ～ 243（5 mg，エタノール（99.5），200 mL）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（Ⅴ），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のアコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（9：1）

流量：アコニチンの保持時間が約 26 分になるように調整する．

面積測定範囲：アコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たアコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たアコニチンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水分〈2.48〉　1.0 % 以下（5 mg，電量滴定法）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（Ⅴ），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

亜酸化窒素　N_2O　無色の気体で，においはない．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いる．

亜ジチオン酸ナトリウム　$Na_2S_2O_4$　〔K 8737，特級〕

アジピン酸　$C_4H_8(COOH)_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点〈2.60〉　151 ～ 154 ℃

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 1 g を精密に量り，水 100 mL を加え，加温して溶かし，冷後，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 73.07 mg $C_6H_{10}O_4$

アジマリン，定量用　$C_{20}H_{26}N_2O_2$　〔医薬品各条，「アジマリン」ただし，乾燥したものを定量するとき，アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

亜硝酸カリウム　KNO_2　〔K 8017，特級〕

亜硝酸ナトリウム　$NaNO_2$　〔K 8019，特級〕

亜硝酸ナトリウム試液　亜硝酸ナトリウム 10 g を水に溶かし，100 mL とする．用時製する．

アスコルビン酸　L-アスコルビン酸　を見よ．

L-アスコルビン酸　$C_6H_8O_6$　〔K 9502，L(+)-アスコルビン酸，特級〕

アスコルビン酸，鉄試験用　L-アスコルビン酸　を見よ．

アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL　L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL　を見よ．

アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL　L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL　を見よ．

アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL　L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL　を見よ．

L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL　L-アスコルビン酸 0.015 g をメタノール 25 mL に溶かし，塩酸 100 mL を注意して加え，混和する．用時製する．

L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL　L-アスコルビン酸 0.025 g をメタノール 25 mL に溶かし，塩酸 100 mL を注意して加え，混和する．用時製する．

L-アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL　L-アスコルビン酸 0.05 g をメタノール 30 mL に溶かし，注意して塩酸を加えて 100 mL とする．用時製する．

アストラガロシドⅣ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{41}H_{68}O_{14}$　白色の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

旋光度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+19 ～ +26°（10 mg，メタノール，2 mL，50 mm）．ただし，シリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 μL につき，「補中益気湯エキス」の確認試験（4）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

アスパラギン酸　L-アスパラギン酸　を見よ．

DL-アスパラギン酸　$C_4H_7NO_4$　白色の結晶性の粉末で，水にやや溶けにくい．融点：270 ～ 271 ℃

L-アスパラギン酸　$C_4H_7NO_4$　〔K 9045，特級〕

アスピリン　$C_9H_8O_4$　〔医薬品各条〕

アセタール　$C_6H_{14}O_2$　無色澄明で，揮発性の液である．本品

は水又はエタノール（95）と混和する．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：約 1.382

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：約 0.824

沸点〈2.57〉 約 103 ℃

アセチルアセトン $CH_3COCH_2COCH_3$ 〔K 8027，特級〕

アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム 150 g を適量の水に溶かし，酢酸（100）3 mL 及びアセチルアセトン 2 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．用時製する．

アセチレン 溶解アセチレン を見よ．

***p*–アセトアニシジド** $C_9H_{11}NO_2$ 白色～帯紫白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈2.60〉 126 ～ 132 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品 0.1 g をエタノール（95）5 mL に溶かす．この液 2 μL につき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたガスクロマトグラムにつき，自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$\text{含量} = \frac{p\text{–アセトアニシジドのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステルを酸処理及びシラン処理した 177 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 % の割合で破覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：毎分 30 ～ 50 mL の間の一定量で *p*–アセトアニシジドの保持時間が 11 ～ 14 分になるように調整する．

測定範囲：溶媒ピークの流出した後，*p*–アセトアニシジドの保持時間の 3 倍まで測定する．

アセトアニリド $C_8H_9NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 114 ～ 117 ℃

2–アセトアミドグルタルイミド $C_7H_{10}N_2O_3$：170.17

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3350 cm^{-1}，1707 cm^{-1}，1639 cm^{-1} 及び 1545 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，「アセグルタミドアルミニウム」の純度試験（3）を準用して試験を行うとき，2–アセトアミドグルタルイミド以外のピーク面積の合計は標準溶液のピーク面積より大きくない．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 20 mg を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う．

0.01 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8509 mg $C_7H_{10}N_2O_3$

アセトアミノフェン $C_8H_9NO_2$ 〔医薬品各条〕

アセトアルデヒド CH_3CHO 〔K 8030，1 級〕

アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用 C_2H_4O 無色澄明で，可燃性の液である．本品は水又はエタノール（95）と混和する．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：約 1.332

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：約 0.788

沸点〈2.57〉 約 21 ℃

アセトアルデヒド，定量用 CH_3CHO アセトアルデヒド 100 mL を減圧蒸留し，初めの留液 20 mL を除き，次の留液をとり，用いる．用時製する．

アセトニトリル CH_3CN 〔K 8032，特級〕

アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用 CH_3CN 無色澄明の液で水と混和する．

純度試験 紫外吸収物質 本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 200 nm で 0.07 以下，210 nm で 0.046 以下，220 nm で 0.027 以下，230 nm で 0.014 以下及び 240 nm で 0.009 以下である．

アセトリゾン酸 $C_9H_6I_3NO_3$ 白色の粉末である．

純度試験 類縁物質 本品 0.06 g をメグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，100 mL とする．この液 10 mL をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 5 μL につき，「アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液」の定量法を準用し，試験を行うとき，主ピーク以外にピークを認めない．

アセトン CH_3COCH_3 〔K 8034，特級〕

アセトン，生薬純度試験用 〔K 8034，特級〕 ただし，アセトン 300.0 mL を量り，減圧，40 ℃ 以下で濃縮し，アセトンを加えて正確に 1 mL とし，試料溶液とする．別に γ–BHC 2.0 mg を生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）1 μL ずつを正確にとり，次の操作条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）の γ–BHC のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の純度試験（2）の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）1 μL から得た γ–BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）1 μL から得た γ–BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から γ–BHC の保持時間の約 3 倍の範囲

アセトン，非水滴定用 アセトンに過マンガン酸カリウムを少量ずつ加えて振り混ぜ，2 ～ 3 日放置して紫色が消えなく

なった後に蒸留する．留液に新たに焼いた炭酸カリウムを加えて脱水し，分留管を付け，湿気を避けて蒸留し，56 ℃ の留分を集める．

アセナフテン　$C_{12}H_{10}$　白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異な芳香がある．クロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により測定するとき，波数 1605 cm^{-1}，840 cm^{-1}，785 cm^{-1} 及び 750 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉　93 ～ 96 ℃

純度試験　本品 0.10 g をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりアセナフテンの量を求めるとき，98.0 % 以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：アセナフテンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

検出感度：試料溶液 1.0 mL にクロロホルムを加えて 100 mL とした液 2 μL から得たアセナフテンのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 15 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセナフテンの保持時間の約 3 倍の範囲

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

亜セレン酸　H_2SeO_3　〔K 8035，特級〕

亜セレン酸ナトリウム　Na_2SeO_3　〔K 8036，特級〕

亜セレン酸・硫酸試液　亜セレン酸 0.05 g を硫酸 10 mL に溶かす．

亜テルル酸カリウム　K_2TeO_3　本品は二酸化テルルと炭酸カリウムの当モル混合物を二酸化炭素気流中で融解して得られる白色の粉末又は小塊である．本品は水にやや溶けやすい．

含量　90.0 % 以上．　定量法　本品約 1.0 g を精密に量り，水 100 mL に溶かした後，薄めた酢酸（31）（1 → 3）5 mL を加えて煮沸する．冷後，るつぼ形ガラスろ過器（1 G4）［105±2 ℃ で 1 時間乾燥し，恒量としたもの（*b* (g)）］で吸引ろ過する．ろ過後，水で洗浄し，ガラスろ過器を 110 ℃ で 3 時間乾燥後，質量 *a*（g）を量る．

亜テルル酸カリウム（K_2TeO_3）の量（%）

$$= \frac{(a - b) \times 1.5902}{S} \times 100$$

S：本品の秤取量（g）

アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{15}H_{20}O_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：193 ～ 196 ℃

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 217 ～ 221 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 2 μL につき，「加味逍遙散エキス」の確認試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

***p*-アニスアルデヒド**　4-メトキシベンズアルデヒド　を見よ．

***p*-アニスアルデヒド・酢酸試液**　4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液　を見よ．

***p*-アニスアルデヒド・硫酸試液**　4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液　を見よ．

アニソール　C_7H_8O　〔K 8041，特級〕

アニリン　$C_6H_5NH_2$　〔K 8042，特級〕

アプロチニン　健康なウシの肺又は耳下腺から抽出して得たアプロチニンを含む無色澄明の液で，pH は 5.0 ～ 7.0 である．

含量　1 mL 中アプロチニン 15000 ～ 25000 KIE 単位を含む．

定量法　（i）　トリプシン溶液　結晶トリプシンの表示された FIP 単位に従いトリプシン約 250 FIP 単位に対応する量を量り，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，正確に 10 mL とする．用時調製し，氷冷保存する．

（ii）　試料溶液　本品の適量を量り，pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加え，その 1 mL 中に 800 KIE 単位を含むように薄め，試料溶液とする．

（iii）　装置　反応容器は内径 20 mm，高さ 50 mm のガラス製瓶で，pH 測定用のガラス/銀－塩化銀電極，窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする．反応容器を恒温槽に固定する．恒温槽は精密な温度調節器を用い，浴温を 25±0.1 ℃ に保つ．

（iv）　操作法　*N*-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル試液 5.0 mL に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 45.0 mL を加えて基質溶液とする．次にトリプシン溶液 1 mL を正確に量り，pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試験溶液Ⅰとする．基質溶液 10.0 mL をとり，反応容器に入れ，窒素を通じてかき混ぜながら，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加して液の pH を 8.00 に調整し，あらかじめ試験温度で 10 分間放置した試験溶液Ⅰを正確に 1 mL 加え，直ちにかき混ぜながら反応液の pH を 8.00 に保つように 50 μL のマイクロピペット（最小目盛 1 μL）を用い，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し，pH が 8.00 に達したときの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める．この操作は 6 分まで行う．別にトリプシン溶液 2 mL 及び試料溶液 1 mL をそれぞれ正確に量り，pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試験溶液Ⅱとする．基質溶液 10.0 mL をとり，反応容器に入れ，窒素を通じてかき混ぜながら，液の pH を 8.00 に調整し，あらかじめ試験温度で 10 分間放置した試験溶液Ⅱを正確に 1 mL 加え，以

下同様の操作を行う．また，別に基質溶液 10.0 mL をとり，反応容器に入れ，窒素を通じてかき混ぜながら，液の pH を 8.00 に調整し，あらかじめ試験温度で 10 分間放置した pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 1.0 mL を加え，以下同様の操作で空試験を行う．

（v）計算法　0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（μL）を反応時間（分）に対しプロットし，直線となる反応時間 t_1 及び t_2 を選び，これに対応する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を v_1 及び v_2 とし，それぞれの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数を M とする．

$$M\ (\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times \frac{1}{10} \times f$$

f：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

本品 1 mL 中の KIE 単位数

$$= \frac{2(M_A - M_0) - (M_B - M_0)}{L} \times n \times 32.5$$

L：試験溶液Ⅱに加えた試料溶液の量（mL）

n：本品の希釈係数

M_A：試験溶液Ⅰを用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

M_B：試験溶液Ⅱを用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

M_0：空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

32.5：FIP 単位から KIE 単位への換算係数

ただし，1 KIE 単位とは pH 8，室温，2 時間でカリジノゲナーゼ 2 単位の効力を半減させるアプロチニン量とする．

貯法　遮光した密封容器に入れ，冷所に保存する．

アプロチニン試液　アプロチニンの適量を量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中に 50 KIE 単位を含む溶液を調製する．

α-アポオキシテトラサイクリン　$C_{22}H_{22}N_2O_8$　黄褐色～緑色の粉末である．

融点〈2.60〉　200 ～ 205 ℃

β-アポオキシテトラサイクリン　$C_{22}H_{22}N_2O_8$　黄褐色～褐色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品 8 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験（2）を準用し，試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，β-アポオキシテトラサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である．

アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{20}H_{27}NO_{11}$　白色の粉末で，においはない．水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品 20 mg をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，「キョウニン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

アミドトリゾ酸，定量用　$C_{11}H_9I_3N_2O_4$　〔医薬品各条，「アミドトリゾ酸」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

アミド硫酸（標準試薬）　$HOSO_2NH_2$　〔K 8005，容量分析用標準物質〕

アミド硫酸アンモニウム　$NH_4OSO_2NH_2$　〔K 8588，特級〕

アミド硫酸アンモニウム試液　アミド硫酸アンモニウム 1 g を水に溶かし，40 mL とする．

4-アミノアセトフェノン　$H_2NC_6H_4COCH_3$　淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　105 ～ 108 ℃

***p*-アミノアセトフェノン**　4-アミノアセトフェノン　を見よ．

4-アミノアセトフェノン試液　4-アミノアセトフェノン 0.100 g をメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．

***p*-アミノアセトフェノン試液**　4-アミノアセトフェノン試液　を見よ．

4-アミノ安息香酸　本品は白色～ごく微黄色の結晶性の粉末である．

溶状　本品 0.1 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

***p*-アミノ安息香酸**　4-アミノ安息香酸　を見よ．

4-アミノ安息香酸イソプロピル　$H_2NC_6H_4COOCH(CH_3)_2$　微褐色の結晶である．

融点〈2.60〉　83 ～ 86 ℃

***p*-アミノ安息香酸イソプロピル**　4-アミノ安息香酸イソプロピル　を見よ．

アミノ安息香酸エチル　$C_9H_{11}NO_2$　〔医薬品各条〕

4-アミノアンチピリン　$C_{11}H_{13}N_3O$　〔K 8048，特級〕

4-アミノアンチピリン試液　4-アミノアンチピリン 0.1 g を水 30 mL に溶かし，炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 5）10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，更に水を加えて全量を 100 mL とする．用時製する．

2-アミノエタノール　$H_2NCH_2CH_2OH$　〔K 8109，特級〕

2-アミノエタンチオール塩酸塩　$H_2NCH_2CH_2SH \cdot HCl$　白色の結晶又は粒状．

融点〈2.60〉　65 ～ 71 ℃

3-(2-アミノエチル)インドール　$C_{10}H_{12}N_2$　黄褐色の結晶．

融点〈2.60〉　約 118 ℃

2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{13}H_{10}ClNO$　黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　97 ～ 101 ℃

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とした液につき，「クロルジアゼポキシド」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない．

アミノ酸分析用無水ヒドラジン　無水ヒドラジン，アミノ酸分析用　を見よ．

L-2-アミノスベリン酸　$C_8H_{15}NO_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋19.1 ～ ＋20.1°（乾燥後，0.1 g，

5 mol/L 塩酸試液，100 mm）．

乾燥減量〈2.41〉　0.3 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 6 mL を正確に加えて溶かした後，酢酸（100）50 mL を正確に加え，0.1 mol/L 過塩素酸で，滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.92 mg $C_8H_{15}NO_4$

1–アミノ–2–ナフトール–4–スルホン酸　$C_{10}H_9NO_4S$〔K 8050，特級〕

1–アミノ–2–ナフトール–4–スルホン酸試液　無水亜硫酸ナトリウム 5 g，亜硫酸水素ナトリウム 94.3 g 及び 1–アミノ–2–ナフトール–4–スルホン酸 0.7 g をよく混和する．用時この混合試薬 1.5 g を水に溶かし，10 mL とする．

2–アミノ–2–ヒドロキシメチル–1,3–プロパンジオール　$C_4H_{11}NO_3$〔K 9704，特級〕

2–アミノ–2–ヒドロキシメチル–1,3–プロパンジオール塩酸塩　$C_4H_{11}NO_3$・HCl　白色の結晶又は結晶性粉末．

3–アミノフェノール　$H_2NC_6H_4OH$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　121 ～ 125 ℃

含量　97.0 % 以上．　定量法　本品約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.91 mg $H_2NC_6H_4OH$

***m*–アミノフェノール**　3–アミノフェノール　を見よ．

2–アミノ–1–ブタノール　$CH_3CH_2CH(NH_2)CH_2OH$　無色～淡黄色澄明の液で，水又はメタノールに混和する．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.450 ～ 1.455

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.944 ～ 0.950

純度試験　類縁物質　本品 50 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて混和した液 2 μL につき，「エタンブトール塩酸塩」の純度試験（4）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用　前処理用に製造したもの．

***N*–アミノヘキサメチレンイミン**　$(CH_2)_6NNH_2$　無色～微黄色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.482 ～ 1.487

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.936 ～ 0.942

4–アミノメチル安息香酸　$C_8H_9NO_2$　白色の粉末である．

純度試験　本品 10 mg を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，「トラネキサム酸」の純度試験（5）の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の 4–アミノメチル安息香酸以外のピークの各々の面積は標準溶液の 4–アミノメチル安息香酸のピーク面積より大きくない．

***n*–アミルアルコール**　$CH_3(CH_2)_4OH$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．水にやや溶けにくい．エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.409 ～ 1.411

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.810 ～ 0.820

蒸留試験〈2.57〉　135 ～ 140 ℃，95 vol% 以上．

***t*–アミルアルコール**　$(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_3$

無色澄明の液で，特異なにおいがある．*t*–ブタノール又は 2–ブタノンと混和し，水に溶けやすい．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.808 ～ 0.815

純度試験　酸及びエステル　本品 20 mL にエタノール（95）20 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.0 mL を加え，これに還流冷却器を付け，水浴中で 10 分間穏やかに加熱する．冷後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行うとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 1.25 mL 以下である．

蒸発残留物　本品 50 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.6 mg 以下である．

蒸留試験〈2.57〉　100 ～ 103 ℃，95 vol% 以上．

アミルアルコール，イソ　3–メチル–1–ブタノール　を見よ．

アミルアルコール，第三　*t*–アミルアルコール　を見よ．

アモキシシリン　$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$〔医薬品各条，「アモキシシリン水和物」〕

アラセプリル　$C_{20}H_{26}N_2O_5S$〔医薬品各条〕

アラセプリル，定量用　$C_{20}H_{26}N_2O_5S$〔医薬品各条，「アラセプリル」ただし，乾燥したものを定量するとき，アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）99.0 % 以上を含むもの〕

L–アラニン　$C_3H_7NO_2$〔K 9101，特級〕

L–アラビノース　$C_5H_{10}O_5$〔K 8054：1991，L(+)–アラビノース，特級〕

アリザリン S　アリザリンレッド S　を見よ．

アリザリン S 試液　アリザリンレッド S 試液　を見よ．

アリザリンエロー GG　$C_{13}H_8N_3NaO_5$〔K 8056，特級〕

アリザリンエロー GG 試液　アリザリンエロー GG 0.1 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液　アリザリンエロー GG 試液 10 mL にチモールフタレイン試液 20 mL を混和する．

アリザリンコンプレキソン　$C_{19}H_{15}NO_8$（1,2–ジヒドロキシアントラキノ–3–イルメチルアミン–*N*,*N*–ジ酢酸）　黄褐色の粉末で，アンモニア試液にやや溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

感度　本品 0.1 g にアンモニア水（28）2 滴，酢酸アンモニウム試液 2 滴及び水 20 mL を加えて溶かし，その 10 mL に pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液を加えて 100 mL とする．この液 1 滴を白色の滴板上にとり，フッ化ナトリウム溶液（1 → 100000）1 滴及び硝酸セリウム（Ⅲ）試液 1 滴を加えてかき混ぜ，1 分後，散光のもとで観察するとき，液は青紫色を呈し，比較液は赤紫色である．比較液はフッ化ナトリウム溶液の代わりに水 1 滴を加え，同様に操作したものを用いる．

アリザリンコンプレキソン試液　アリザリンコンプレキソン 0.390 g を新たに製した水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）20 mL に溶かし，水 800 mL 及び酢酸ナトリウム三水和物 0.2 g を加えて溶かした後，1 mol/L 塩酸を加えて pH を

4 ～ 5 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

アリザリンレッド S $C_{14}H_7NaO_7S \cdot H_2O$ 〔K 8057，特級〕

アリザリンレッド S 試液 アリザリンレッド S 0.1 g を水に溶かし，100 mL とし，必要ならばろ過する．

アリストロキア酸 I，生薬純度試験用 $C_{17}H_{11}NO_7$ 黄色の結晶性の粉末である．融点：約 280 ℃（分解）．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（318nm）：384 ～ 424（1mg，メタノール，100 mL）．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg を薄めたメタノール（3 → 4）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（3 → 4）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアリストロキア酸 I 以外のピークの合計面積は標準溶液のアリストロキア酸 I のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サイシン」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアリストロキア酸 I の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

「サイシン」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

アリソール A，薄層クロマトグラフィー用 $C_{30}H_{50}O_5$ 白色～微黄色の粉末である．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+86 ～ +106°（5 mg，メタノール，1 mL，50 mm）．ただし，シリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 μL につき，「柴苓湯エキス」の確認試験（6）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

亜硫酸水 H_2SO_3 〔K 8058，特級〕

亜硫酸水素ナトリウム 〔K 8059，特級〕

亜硫酸水素ナトリウム試液 亜硫酸水素ナトリウム 10 g を水に溶かし，30 mL とする．用時製する．

亜硫酸ナトリウム 亜硫酸ナトリウム七水和物 を見よ．

亜硫酸ナトリウム，無水 Na_2SO_3 〔K 8061，亜硫酸ナトリウム，特級〕

亜硫酸ナトリウム試液，1 mol/L 無水亜硫酸ナトリウム 1.26 g を水に溶かし，10 mL とする．

亜硫酸ナトリウム七水和物 $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$ 〔K 8060，特級〕

亜硫酸ビスマス・インジケーター 微生物試験用に製造したもの．

アルカリ性 1,3-ジニトロベンゼン試液 1,3-ジニトロベンゼン試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性 *m*-ジニトロベンゼン試液 1,3-ジニトロベンゼン試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性銅試液 銅試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性銅溶液 銅溶液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 2,4,6-トリニトロフェノール試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性ピクリン酸試液 2,4,6-トリニトロフェノール試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性ヒドロキシルアミン試液 ヒドロキシルアミン試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性フェノールフタレイン試液 アルコール数測定法〈1.01〉 を見よ．

アルカリ性フェリシアン化カリウム試液 ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液 ブルーテトラゾリウム試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ性硫酸銅試液 硫酸銅（Ⅱ）試液，アルカリ性 を見よ．

アルカリ銅試液 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 70.6 g，酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 40.0 g 及び無水硫酸ナトリウム 180.0 g を水 600 mL に溶かし，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL を加える．この液にかき混ぜながら硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（2 → 25）100 mL 及び 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 33.3 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

L-アルギニン $C_6H_{14}N_4O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+26.9 ～ +27.9°（乾燥後，4 g，6 mol/L 塩酸試液，50 mL，200 mm）．

乾燥減量〈2.41〉 0.50 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

含量 98.0 ～ 102.0 %． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄褐色が黄色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.710 mg $C_6H_{14}N_4O_2$

アルキレングリコールフタル酸エステル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

アルコール数測定用エタノール アルコール数測定法〈1.01〉 を見よ．

アルセナゾⅢ $C_{22}H_{18}As_2N_4O_{14}S_2$ 〔K 9524〕

アルセナゾⅢ試液 アルセナゾⅢ 0.1 g を水に溶かし，50 mL とする．

アルデヒドデヒドロゲナーゼ 本品 1 mg は酵素活性 2 単位以上を含む．白色粉末である．

定量法 本品約 20 mg を精密に量り，水 1 mL に溶かし，氷冷したウシ血清アルブミン溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．吸光度測定用セルに pH 9.0 のピロリン酸塩緩衝液 2.50 mL，β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド（β-NAD）0.0200 g を水に溶かして正確に 1 mL とした液 0.20 mL，ピラゾール溶液（17 → 2500）0.10 mL 及び試料溶液 0.10 mL を入れ，かき混ぜた後，密栓して 25±1 ℃ で 2 分間放置する．この液にアセトアルデヒド溶液（3 → 1000）0.01 mL を加えて

かき混ぜた後，密栓し，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 340 nm における吸光度を 30 秒ごとに測定し，時間と吸光度の関係が直線を示す部分より 1 分間当たりの吸光度の変化（ΔA）を求める．その酵素活性の単位は，操作法の条件で試験するとき，1 分間に 1 μmol のアセトアルデヒドを酸化させる酵素量を 1 単位とする．

本品中の酵素活性の単位（単位/mg）

$$= \frac{2.91 \times \Delta A \times 200}{6.3 \times W \times 0.10 \times 1000}$$

W：試料の採取量（g）

アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液　アルデヒドデヒドロゲナーゼ 70 単位に相当する量を水 10 mL に溶かす．用時製する．

RPMI-1640 粉末培地　1 L 当たり塩化ナトリウム 6 g，塩化カリウム 400 mg，無水リン酸二水素ナトリウム 800 mg，硝酸カルシウム 100 mg，硫酸マグネシウム 49 mg，デキストロース 2 g，L-アルギニン 200 mg，グルタチオン 1 mg，L-イソロイシン 50 mg，L-フェニルアラニン 15 mg，L-トリプトファン 5 mg，ビオチン 0.2 mg，ニコチンアミド 1 mg，塩酸チアミン 1 mg，L-グルタミン 300 mg，L-アスパラギン 56.8 mg，グリシン 10 mg，L-ロイシン 50 mg，L-プロリン 20 mg，L-チロシン 20 mg，D-パントテン酸カルシウム 0.25 mg，シアノコバラミン 5 μg，アミノ安息香酸 1 mg，L-アスパラギン酸 20 mg，L-ヒスチジン 15 mg，L-リジン塩酸塩 40 mg，L-セリン 30 mg，L-バリン 20 mg，葉酸 1 mg，塩酸ピリドキシン 1 mg，L-グルタミン酸 20 mg，L-ヒドロキシプロリン 20 mg，L-メチオニン 15 mg，L-スレオニン 20 mg，塩化コリン 3 mg，*i*-イノシトール 35 mg，リボフラビン 0.2 mg，L-シスチン 59 mg，フェノールレッド 5 mg を含有する細胞培養用培地．

アルビフロリン　$C_{23}H_{28}O_{11}\cdot xH_2O$　無色の粉末で，においはない．水又はメタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　本品 1 mg を量り，薄めたメタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「シャクヤク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりペオニフロリンの保持時間の 2 倍まで試験を行う．試料溶液のアルビフロリン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピークの 1/10 より大きくない．

アルブチン，成分含量測定用　薄層クロマトグラフィー用アルブチン．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（280 nm）：70 ～ 76（4 mg，水，100 mL）．ただし，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 12 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 40 mg を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルブチン以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のアルブチンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ウワウルシ」の成分含量測定法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たアルブチンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たアルブチンのピーク高さがフルスケールの約 20 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルブチンの保持時間の約 3 倍の範囲

アルブチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{12}H_{16}O_7\cdot nH_2O$　無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸エチル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　199 ～ 201 ℃

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をとり，エタノール（95）/水混液（7：3）1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μL につき，「ウワウルシ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

アルブミン試液　新鮮なニワトリの卵 1 個から注意して卵白を分取し，水 100 mL を加え，よく振り混ぜて卵白が水と混和した後，ろ過する．用時製する．

アルミニウム　Al　〔K 8069，特級〕

アルミノン　$C_{22}H_{23}N_3O_9$　〔K 8011，特級〕

アルミノン試液　アルミノン 0.1 g を水に溶かし，100 mL とする．24 時間放置した後に用いる．

安息香酸　C_6H_5COOH　〔K 8073，特級〕

安息香酸イソアミル　$C_{12}H_{16}O_2$

比重〈2.56〉　d_4^{15}：0.993

沸点〈2.57〉　260 ～ 262 ℃

安息香酸イソプロピル　$C_6H_5COOCH(CH_3)_2$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.490 ～ 1.498

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.008 ～ 1.016

安息香酸エチル　$C_6H_5COOC_2H_5$　無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.502 ～ 1.507

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.045 ～ 1.053

安息香酸コレステロール　$C_{34}H_{50}O_2$　白色の結晶性の粉末である．融点　145 ～ 152 ℃

安息香酸ナトリウム　$C_7H_5NaO_2$　〔医薬品各条〕

安息香酸フェニル　$C_6H_5COOC_6H_5$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　68 ～ 70 ℃

純度試験　溶状　本品 1.0 g をメタノール 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

安息香酸プロピル　$C_6H_5COOC_3H_7$　無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.498 ～ 1.503

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.022 ～ 1.027

安息香酸ベンジル　$C_6H_5COOCH_2C_6H_5$　〔K 8079，特級〕

安息香酸メチル $C_6H_5COOCH_3$ 無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.515 ～ 1.520

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.087 ～ 1.095

純度試験 本品 0.1 mL を「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の移動相に溶かし，50 mL とする．この液 10 μL につき，「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により安息香酸メチルの量を求めるとき，99.0 % 以上である．

安息香酸メチル，エストリオール試験用 $C_6H_5COOCH_3$ 本品は無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.515 ～ 1.520

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.087 ～ 1.095

酸価〈1.13〉 0.5 以下．

アンチトロンビンⅢ 白色の粉末である．

水分〈2.48〉 5 % 以下．

含量 表示量の 80 ～ 130 %

アンチトロンビンⅢ試液 アンチトロンビンⅢ 10 単位を水 10 mL に溶かす．

アンチピリン $C_{11}H_{12}N_2O$ 〔医薬品各条〕

アントロン $C_{14}H_{10}O$ 〔K 8082，特級〕

アントロン試液 アントロン 35 mg を硫酸 100 mL に溶かす．用時製する．

アンミントリクロロ白金酸アンモニウム，液体クロマトグラフィー用 $Cl_3H_7N_2Pt$ シスプラチン 20 g に 6 mol/L 塩酸試液 600 mL を加え，還流冷却器をつけ，水浴上で 4 ～ 6 時間かき混ぜながら加熱する．冷後，溶媒を留去し，だいだい色の残留物を室温で減圧乾燥する．このだいだい色の残留物にメタノール 300 mL を加え，約 50 ℃ に加温し，不溶性の黄色の残留物をろ過して除き，ろ液を得る．黄色の残留物をメタノール 10 mL で洗い，ろ液と洗液を合わせ，約 50 ℃ に加温し，酢酸エチル 100 mL をかき混ぜながらゆっくりと加える．この液を遮光し，室温まで冷却した後，約 −10 ℃ で 1 時間放置する．析出した結晶をろ過して除き，結晶をアセトン 100 mL で洗い，ろ液と洗液を合わせ，蒸発乾固し，だいだい色の結晶を得る．必要ならば，上記の精製の操作を繰り返し行い，不溶性の結晶を取り除く．だいだい色の結晶にアセトン/メタノール混液（5：1）300 ～ 500 mL を加え，約 50 ℃ で加熱してかき混ぜ，不溶性の結晶を熱時ろ過して除く．この結晶をアセトン/メタノール混液（5：1）で洗い，洗液を先のろ液に合わせる．この操作を何度か繰り返した後，溶媒を留去する．得られた結晶をアセトン 50 mL に分散懸濁させ，ろ過し，得られた結晶をアセトン 20 mL で洗い，室温で減圧乾燥する．本品は黄褐色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品を 80 ℃ で 3 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3480 cm^{-1}，3220 cm^{-1}，1622 cm^{-1}，1408 cm^{-1} 及び 1321 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 シスプラチン 本操作は遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg をとり，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にシスプラチン 10 mg をとり，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のシスプラチンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

「シスプラチン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2500 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

アンモニア・エタノール試液 アンモニア水（28）20 mL にエタノール（99.5）100 mL を加える．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 8.0 塩化アンモニウム 1.07 g を水に溶かし，100 mL とし，薄めたアンモニア試液（1 → 30）を加えて pH 8.0 に調整する．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 10.0 塩化アンモニウム 70 g を水に溶かし，アンモニア水（28）100 mL を加え，次に水を加えて 1000 mL とした後，アンモニア水（28）を滴加して，pH 10.0 に調整する．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 10.7 塩化アンモニウム 67.5 g を水に溶かし，アンモニア水（28）570 mL を加え，次に水を加えて 1000 mL とする．

アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 11.0 塩化アンモニウム 53.5 g を水に溶かし，アンモニア水（28）480 mL を加え，次に水を加えて 1000 mL とする．

アンモニアガス NH_3 アンモニア水（28）を加熱して製する．

アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 8.0 酢酸アンモニウム試液にアンモニア試液を滴加して pH 8.0 に調整する．

アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 8.5 酢酸アンモニウム 50 g に水 800 mL 及びエタノール（95）200 mL を加えて溶かし，アンモニ水（28）を加えて pH 8.5 に調整する．

アンモニア試液 アンモニア水（28）400 mL に水を加えて 1000 mL とする（10 %）．

アンモニア試液，1 mol/L アンモニア水（28）65 mL に水を加えて 1000 mL とする．

アンモニア試液，13.5 mol/L 水 9 mL を正確に量り，アンモニア水（28）を加えて正確に 50 mL とする．

アンモニア水 アンモニア試液 を見よ．

アンモニア水（28） NH_3 〔K 8085，アンモニア水，特級，比重約 0.90，密度 0.908 g/mL，含量 28 ～ 30 %〕

アンモニア水，1 mol/L アンモニア試液，1 mol/L を見よ．

アンモニア水，13.5 mol/L アンモニア試液，13.5 mol/L を見よ．

アンモニア水，強 アンモニア水（28） を見よ．

アンモニア銅試液 炭酸銅一水和物 0.5 g に水 10 mL を加えてすりつぶし，アンモニア水（28）10 mL を加える．

アンモニア飽和 1-ブタノール試験液　1-ブタノール試験液，アンモニア飽和　を見よ．

アンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液　次亜塩素酸ナトリウム試液，アンモニウム試験用　を見よ．

アンモニウム試験用精製水　精製水，アンモニウム試験用　を見よ．

EMB 平板培地　エオシンメチレンブルーカンテン培地を加熱して溶解した後，約 50 ℃ に冷却し，その約 20 mL をペトリ皿にとり，水平にして固まらせる．次に皿のふたを少し開いてふらん器内に入れ，内部の水蒸気及び平板上の凝固水を揮散させる．

イオウ　S 〔K 8088，特級〕

イオタラム酸，定量用　$C_{11}H_9I_3N_2O_4$ 〔医薬品各条，「イオタラム酸」〕

イオポダートナトリウム，定量用　$C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$ 〔医薬品各条，「イオポダートナトリウム」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，イオポダートナトリウム（$C_{12}H_{12}I_3N_2NaO_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

イカリイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{33}H_{40}O_{15}$　淡黄色の結晶で，メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 234 ℃（分解）．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき，「インヨウカク」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

イサチン　2,3-インドリンジオン　を見よ．

イソアミルアルコール　3-メチル-1-ブタノール　を見よ．

イソオクタン　オクタン，イソ　を見よ．

イソニアジド　$C_6H_7N_3O$ 〔医薬品各条〕

イソニアジド，定量用　$C_6H_7N_3O$ 〔医薬品各条，「イソニアジド」ただし，乾燥したものを定量するとき，イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）99.0 % 以上を含むもの〕

イソニアジド試液　定量用イソニアジド 0.1 g にメタノール 50 mL 及び塩酸 0.12 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて 200 mL とする．

イソニコチン酸　$C_6H_6NO_2$　白色の結晶又は粉末である．融点：約 315 ℃（分解）．

イソニコチン酸アミド　$C_6H_6N_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　155 ～ 158 ℃

溶状　本品 1.0 g をメタノール 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ベンゼン 100 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は，液の紫色が青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.21 mg $C_6H_6N_2O$

イソブタノール　2-メチル-1-プロパノール　を見よ．

イソプロパノール　2-プロパノール　を見よ．

イソプロパノール，液体クロマトグラフィー用　2-プロパノール，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

イソプロピルアミン　プロピルアミン，イソ　を見よ．

イソプロピルアミン・エタノール試液　イソプロピルアミン 20 mL にエタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．用時製する．

イソプロピルエーテル　プロピルエーテル，イソ　を見よ．

L-イソロイシン　$C_6H_{13}NO_2$ 〔医薬品各条〕

一酸化炭素　CO　有毒な無色の気体である．ギ酸に硫酸を作用させて発生する気体を水酸化ナトリウム試液層を通して製する．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい．

一酸化窒素　NO　無色の気体である．硫酸鉄（Ⅱ）七水和物の希硫酸溶液に亜硝酸ナトリウム試液を加えて製する．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい．

一酸化鉛　酸化鉛（Ⅱ）　を見よ．

一臭化ヨウ素　臭化ヨウ素（Ⅱ）　を見よ．

イブプロフェン　$C_{13}H_{18}O_2$ 〔医薬品各条〕

イミダゾール　$C_3H_4N_2$　白色の結晶性の粉末で，水又はメタノールに極めて溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　89 ～ 92 ℃

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$ (313 nm)：0.031 以下 (8 g，水，100 mL)．

イミダゾール，薄層クロマトグラフィー用　$C_3H_4N_2$　白色の結晶性の粉末で，水又はメタノールに極めて溶けやすく，酢酸エチル又はジクロロメタンに溶けやすい．

融点〈*2.60*〉　89 ～ 92 ℃

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をとり，ジクロロメタン 20 mL を正確に加えて溶かした液につき，「クロトリマゾール」の純度試験（6）を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

イミダゾール試液　イミダゾール 8.25 g を水 65 mL に溶かし，5 mol/L 塩酸試液を加えて pH 6.8 に調整した後，水を加えて 100 mL とする．

イミノジベンジル　$C_{14}H_{13}N$　白色～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈*2.60*〉　104 ～ 110 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加え，水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　類縁物質　「カルバマゼピン」の純度試験（6）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.9 の主スポット以外のスポットを認めない．

窒素含量〈*1.08*〉　6.8 ～ 7.3 %

インジゴカルミン　$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ 〔K 8092，特級〕

インジゴカルミン試液　インジゴカルミン 0.20 g を水に溶かし，100 mL とする．調製後 60 日間以内に用いる．

インターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3　C3H/He マウスの脾細胞より付着性細胞及び食細胞を除去して得られる細胞を不連続密度勾配法により分画する．次に NK 活性の強い細胞画分を，インターロイキン-2 を含有する軟カンテン中で培養し，コロニーを得る．細胞株のうち液体培地中でインターロイキン-2 に依存して増殖する細胞株の一つをインターロイキン-2 含有液体培地中で継代したものを NKC 3 とする．

インドメタシン　$C_{19}H_{16}ClNO_4$ 〔医薬品各条〕

2,3-インドリンジオン　$C_8H_5NO_2$ 〔K 8089，特級〕

ウィイス試液 三塩化ヨウ素 7.9 g 及びヨウ素 8.9 g をとり，それぞれを酢酸（100）に溶かした後，両液を混和し，更に酢酸（100）を加えて 1000 mL とする．遮光したガラス容器に入れて保存する．

ウサギ脱繊維血 ウサギから血液 100 mL を採血してフラスコにとり，径 8 mm のガラス球約 20 個を入れ，5 分間ゆるやかに振り混ぜた後，ガーゼを用いてろ過する．用時製する．

ウシ血清 牛の血液より得た血清で，使用前に 56 ℃ で 30 分間加温してインターロイキン-2 依存性細胞増殖阻害物質を除く．

ウシ血清アルブミン ウシ血清より Cohn の第 5 分画として得られたもので，アルブミン 95 % 以上を含む．

ウシ血清アルブミン，ウリナスタチン試験用 ウシ血清よりアルブミン及び他の血漿たん白を変質させることのない方法で精製した白色の結晶性粉末であり，アルブミン含量は 99 % 以上である．

ウシ血清アルブミン，定量用 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

アルブミンを 99 % 以上含むウシ血清アルブミン約 50 mg ずつ広口ガラス製アンプルにとり，あらかじめ塩化カルシウム飽和溶液で 25 ℃，31 % RH に調湿したデシケーター内で 2 週間放置した後，アンプルを取り出し，速やかに密封する．

たん白質含量 88 % 以上．

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 3 mL を正確にケルダールフラスコにとり，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754 mg たん白質

貯法 4 ℃ 以下で保存する．

ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液，pH 7.2 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 10.75 g，塩化ナトリウム 7.6 g 及びウシ血清アルブミン 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とする．使用する直前に希水酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸（1 → 10）で pH を 7.2 に調整する．

ウシ血清アルブミン・生理食塩液 ウシ血清アルブミン 1.0 g を生理食塩液 100 mL に溶かす．用時製する．

1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 ウシ血清アルブミン 1 g を pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．

ウシ血清アルブミン加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ウシ血清アルブミン 10 g 及びチメロサール 0.1 g にリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を加えて溶かし，1000 mL とする．

貯法 冷暗所に保存する．

ウシ血清アルブミン試液，セクレチン標準品用 ウシ血清アルブミン 0.1 g，L-アラニン 0.8 g，クエン酸一水和物 0.01 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.14 g 及び塩化ナトリウム 0.45 g を注射用水 100 mL に溶かす．

ウシ血清アルブミン試液，セクレチン用 ウシ血清アルブミン 0.1 g，L-システイン塩酸塩一水和物 0.1 g，L-アラニン 0.8 g，クエン酸一水和物 0.01 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.14 g 及び塩化ナトリウム 0.45 g を注射用水 100 mL に溶かす．

ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ウシ血清 100 mL に 0.1 g のチメロサールを溶かしたリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 900 mL を加えて 1000 mL とする．

貯法 遮光して，冷所に保存する．

ウシ胎児血清 ウシの胎児の血液より得た血清で，使用前に 56 ℃ で 30 分間加温してインターロイキン-2 依存性細胞増殖阻害物質を除く．

ウシ由来活性化血液凝固X因子 ウシの血漿から得たたん白質で，プロトロンビンを特異的に限定分解してトロンビンを生成する作用を有する．トロンビン及びプラスミンを含まない．たん白質 1 mg 当たり 500 単位以上を含む．ただし，25 ℃ で 1 分間に 1 μmol の *N*-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル(*γ*-OR)-グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリドを加水分解する量を 1 単位とする．

薄めたエタノール エタノール，薄めた を見よ．

ウラシル $C_4H_4N_2O_2$ 針状結晶で，冷水には溶けにくく，熱水には溶けやすい．

融点〈*2.60*〉 335 ℃

ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン ウシ血清アルブミン，ウリナスタチン試験用 を見よ．

ウリナスタチン試験用トリプシン試液 トリプシン試液，ウリナスタチン試験用 を見よ．

ウリナスタチン定量用結晶トリプシン 結晶トリプシン，ウリナスタチン定量用 を見よ．

ウルソデオキシコール酸 $C_{24}H_{40}O_4$ 〔医薬品各条〕

ウレタン カルバミン酸エチル を見よ．

エオシン エオシン Y を見よ．

エオシンメチレンブルーカンテン培地 カゼイン製ペプトン 10 g，リン酸水素二カリウム 2 g 及びカンテン 25 ～ 30 g に水約 900 mL を加え，煮沸して溶かす．これに乳糖一水和物 10 g，エオシン Y 溶液（1 → 50）20 mL，メチレンブルー溶液（1 → 200）13 mL 及び温湯を加えて 1000 mL とし，よく混和した後，分注する．121 ℃ で 20 分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行い，速やかに冷水に浸して冷却する．又は 100 ℃ で 30 分間，1 日 1 回，3 日間，間けつ滅菌する．

エオシン Y $C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$ 赤色の塊又は粉末である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 1000）10 mL に，塩酸 1 滴を加えるとき，黄赤色の沈殿を生じる．

A 型赤血球浮遊液 A 型のヒト血液から赤血球を分離し，生理食塩液を加えて赤血球濃度が 1 vol% となるように調製する．

液状チオグリコール酸培地 無菌試験法〈*4.06*〉 液状チオグリコール酸培地 を見よ．

液体クロマトグラフィー用アセトニトリル アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウム アンミントリクロロ白金酸アンモニウム，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用イソプロパノール 2-プロパノール，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用エレウテロシド B エレウテロシド B，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用 ***N*,*N*-ジメチルホルムアミド** *N*,*N*-ジメチルホルムアミド，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用セルモロイキン セルモロイキン，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用 **2′-デオキシウリジン** 2′-デオキシウリジン，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン テトラヒドロフラン，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用トリプシン トリプシン，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用 **2-プロパノール** 2-プロパノール，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用ヘキサン ヘキサン，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用 ***n*-ヘキサン** ヘキサン，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用メタノール メタノール，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用 **1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール** 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

液体クロマトグラフィー用 **5-ヨードウラシル** 5-ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用 を見よ．

エストリオール試験用安息香酸メチル 安息香酸メチル，エストリオール試験用 を見よ．

エタクリン酸，定量用 $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ 〔医薬品各条，「エタクリン酸」ただし，乾燥したものを定量するとき，エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

エタノール エタノール（95） を見よ．

エタノール（95） C_2H_5OH 〔K 8102，特級〕

エタノール（99.5） C_2H_5OH 〔K 8101，特級〕

エタノール，薄めた エタノール（99.5）を用いて製する．

エタノール，ガスクロマトグラフィー用 エタノール（99.5）に硫酸鉄（Ⅱ）七水和物を加えて蒸留する．窒素を封入し，冷暗所で保存する．

エタノール，希 エタノール（95）1 容量に水 1 容量を加える．C_2H_5OH 47.45 ～ 50.00 vol% を含む．

エタノール，消毒用 〔医薬品各条〕

エタノール，中和 エタノール（95）適量にフェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴を加え，これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を，液が淡赤色を呈するまで加える．用時製する．

エタノール，無アルデヒド エタノール（95）1000 mL を共栓瓶にとり，酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 2.5 g を水 5 mL に溶かした液を加え，よく混ぜる．別に水酸化カリウム 5 g を温エタノール（95）25 mL に溶かす．冷後，この液を前の液にかき混ぜないで静かに加え，1 時間後この液を激しく振り混ぜ，一夜放置する．上澄液をとり，蒸留する．

エタノール，無水 エタノール（99.5） を見よ．

エタノール，メタノール不含 エタノール（95），メタノール不含 を見よ．

エタノール（95），メタノール不含 メタノール試験法〈*1.12*〉を準用し，標準液の代わりに本品を用いて試験を行うとき，ほとんど無色である．

エタノール・生理食塩液 エタノール（95） 1 容量に生理食塩液 19 容量を加える．

エタノール不含クロロホルム クロロホルム，エタノール不含 を見よ．

エチドロン酸二ナトリウム，定量用 $C_2H_6Na_2O_7P_2$ 〔医薬品各条，「エチドロン酸二ナトリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

エチニルエストラジオール $C_{20}H_{24}O_2$ 〔医薬品各条〕

2-エチル-2-フェニルマロンジアミド $C_{11}H_{14}O_2N_2$ 白色の結晶で，においはない．本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．融点：約 120 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg をとり，ピリジン 4 mL を加え，更にビストリメチルシリルアセトアミド 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，100 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，ピリジンを加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 2 μL につき，「プリミドン」の純度試験（3）の操作条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，本品及び溶媒以外のピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液 2 μL から得た 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整し，ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドの保持時間の約 2 倍の範囲とする．

エチルベンゼン $C_6H_5C_2H_5$ 無色の液体で，アセトン又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

比重〈*2.56*〉 d_4^{20}：0.862 ～ 0.872

沸点〈*2.57*〉 約 135 ℃

***N*-エチルマレイミド** $C_6H_7NO_2$ 白色の結晶で，刺激性の特異な臭いがある．エタノール（95）に溶けやすく，水に溶けにくい．

融点〈*2.60*〉 43 ～ 46 ℃

溶状 無色澄明（1 g，エタノール（95），20 mL）．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.1 g を精密に量り，エタノール（95）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 12.51 mg $C_6H_7NO_2$

エチレングリコール $HOCH_2CH_2OH$ 〔K 8105，特級〕

エチレングリコール，水分測定用 エチレングリコールを蒸留し，195 ～ 198 ℃ の留分をとる．本品 1 mL 中の水分は 1.0 mg 以下である．

エチレンジアミン $C_2H_8N_2$ 〔医薬品各条〕

エチレンジアミン試液 エチレンジアミン 70 g に水 30 g を加える．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.04 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 14.890 g を水に溶かし，1000 mL とする．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 37.2

g を水に溶かし，1000 mL とする．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.4 mol/L，pH 8.5 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 148.9 g を水約 800 mL に溶かし，8 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH 8.5 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ 〔K 8107，特級〕

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物 を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物 $C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn \cdot 4H_2O$ 白色の粉末である．本品の水溶液（1 → 100）の pH は 6.0 ～ 9.0 である．

純度試験 溶状 本品 0.10 g を新たに煮沸し冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 80 mL 及び希硝酸を加えて pH を約 2 とし，0.01 mol/L 硝酸ビスマス液で滴定〈2.50〉する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする．

0.01 mol/L 硝酸ビスマス液 1 mL
= 4.717 mg $C_{10}H_{12}N_2Na_2O_8Zn \cdot 4H_2O$

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.1 mol/L を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 を見よ．

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$ 青色の粉末である．

pH〈2.54〉：7.0 ～ 9.0

純度試験 溶状 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は青色澄明である．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.45 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 100 mL 及び希硝酸を加えて pH を約 1.5 とし，1,10-フェナントロリン一水和物のメタノール溶液（1 → 20）5 mL を加え，0.01 mol/L 硝酸ビスマス液で滴定〈2.50〉する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする．

0.01 mol/L 硝酸ビスマス液 1 mL
= 4.698 mg $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$

エーテル ジエチルエーテル を見よ．

エーテル，生薬純度試験用 ジエチルエーテル，生薬純度試験用 を見よ．

エーテル，麻酔用 $C_2H_5OC_2H_5$ 〔医薬品各条〕

エーテル，無水 ジエチルエーテル，無水 を見よ．

エテンザミド $C_9H_{11}NO_2$ 〔医薬品各条〕

3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド $C_9H_{10}O_3$ 本品は白色～微黄白色の結晶であり，エタノール（95）に溶けやすく，水に溶けにくい．

融点〈2.60〉 76 ～ 78 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品をデシケーター（酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー試液）．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 16.62 mg $C_9H_{10}O_3$

4-エトキシフェノール $C_8H_{10}O_2$ 白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈2.60〉 62 ～ 68 ℃

純度試験 本品 0.5 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により 4-エトキシフェノール以外の物質の量を求めるとき 2.0 % 以下である．

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：150 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：4-エトキシフェノールの保持時間が約 5 分になるように調整する．

検出感度：試料溶液 1 μL から得た 4-エトキシフェノールのピーク高さが，フルスケールの 50 % 以上になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から 4-エトキシフェノール保持時間の約 3 倍の範囲

***p*-エトキシフェノール** 4-エトキシフェノール を見よ．

エナント酸メテノロン $C_{27}H_{42}O_3$ 〔医薬品各条，「メテノロンエナント酸エステル」〕

エナント酸メテノロン，定量用 $C_{27}H_{42}O_3$ エナント酸メテノロン 1 g に水 30 mL を加え，加温しながらメタノール 70 mL を徐々に加えて溶かす．熱時ろ過し，ろ液を水浴上で 30 分間放置する．冷所に一夜放置後，析出した結晶をろ取し，薄めたメタノール（1 → 3）少量で洗う．同様の操作を行って再結晶し，得られた結晶をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥する．本品は白色の結晶で，においはない．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（242 nm）：321 ～ 328（1 mg，メタノール，100 mL）．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+40 ～ +42°（0.2 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融点〈2.60〉 69 ～ 72 ℃

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をクロロホルムに溶かし，正確に 10 mL とした液 10 μL につき，「メテノロン

エナント酸エステル」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

NN 指示薬　2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 0.5 g と無水硫酸ナトリウム 50 g を混ぜ，均質になるまですりつぶして製する．

4-エピオキシテトラサイクリン　$C_{22}H_{24}N_2O_9$　緑褐色～褐色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験（2）を準用し，試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，4-エピオキシテトラサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である．

MTT 試液　塩化ナトリウム 8 g，塩化カリウム 0.2 g，無水リン酸水素二ナトリウム 1.15 g 及びリン酸二水素カリウム 0.2 g を水に溶かし，1000 mL とした後，121 ℃ で 15 分間，高圧蒸気滅菌し，PBS（−）液とする．臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム 0.3 g を PBS（−）液に溶かし，100 mL とする．孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過滅菌し，遮光して冷所に保存する．

エリオクロムブラック T　$C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ 〔K 8736，特級〕

エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬　エリオクロムブラック T 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ，均質になるまですりつぶして製する．

エリオクロムブラック T 試液　エリオクロムブラック T 0.3 g 及び塩酸ヒドロキシルアンモニウム 2 g をメタノールに溶かし，50 mL とする．1 週間以内に用いる．遮光して保存する．

エリスロマイシン B　$C_{37}H_{67}NO_{12}$　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて 5 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，「エリスロマイシン」の純度試験（3）を準用して試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシン B 以外のピークの合計面積は，標準溶液のエリスロマイシン B のピーク面積より大きくない．

エリスロマイシン C　$C_{36}H_{65}NO_{13}$　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて 5 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，「エリスロマイシン」の純度試験（3）を準用して試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシン C 以外のピークの合計面積は，標準溶液のエリスロマイシン C のピーク面積より大きくない．

エルカトニン試験用トリプシン試液　トリプシン試液，エルカトニン試験用　を見よ．

エレウテロシド B，液体クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{24}O_9 \cdot xH_2O$　白色の結晶性の粉末で，メタノールにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．融点：190 ～ 194 ℃

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエレウテロシド B 以外のピークの合計面積は標準溶液のエレウテロシド B のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，「シゴカ」の確認試験の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後ろからエレウテロシド B の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「シゴカ」の確認試験のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たエレウテロシド B のピーク面積が，標準溶液 10 μL から得たエレウテロシド B のピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

塩化亜鉛　$ZnCl_2$ 〔K 8111，特級〕

塩化亜鉛試液　塩化亜鉛 10 g 及びフタル酸水素カリウム 10 g を水 900 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

塩化亜鉛試液，0.04 mol/L　塩化亜鉛 5.453 g を水に溶かし，1000 mL とする．

塩化アルミニウム　塩化アルミニウム（Ⅲ）六水和物　を見よ．

塩化アルミニウム（Ⅲ）六水和物　$AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 〔K 8114，特級〕

塩化アルミニウム試液　塩化アルミニウム（Ⅲ）試液　を見よ．

塩化アルミニウム（Ⅲ）試液　塩化アルミニウム（Ⅲ）六水和物 64.7 g を水 71 mL に溶かし，活性炭 0.5 g を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にかき混ぜながら水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて pH を 1.5 に調整し，必要ならばろ過する．

塩化アンチモン（Ⅲ）　$SbCl_3$ 〔K 8400，特級〕

塩化アンチモン（Ⅲ）試液　クロロホルムを等容量の水で 2 ～ 3 回洗った後，新たに強熱して冷却した炭酸カリウムを加えて密栓し，遮光して一夜放置する．クロロホルム層を分取し，なるべく遮光して蒸留する．このクロロホルムで塩化アンチモン（Ⅲ）の表面を洗い，洗液が澄明となった後，ク

ロロホルムを加えて飽和溶液とし，遮光した共栓瓶に入れる．用時製する．

塩化アンモニウム NH_4Cl 〔K 8116，特級〕

塩化アンモニウム・アンモニア試液 アンモニア水（28）に等容量の水を加え，これに塩化アンモニウムを飽和する．

塩化アンモニウム緩衝液，pH 10 塩化アンモニウム 5.4 g を水に溶かし，アンモニア水（28）21 mL 及び水を加えて 100 mL とする．

塩化アンモニウム試液 塩化アンモニウム 10.5 g を水に溶かし，100 mL とする（2 mol/L）．

塩化カリウム KCl 〔K 8121，特級〕

塩化カリウム，赤外吸収スペクトル用 塩化カリウム単結晶又は塩化カリウムを砕き，200 号（75 μm）ふるいを通過したものを集め，120 ℃ で 10 時間又は 500 ℃ で 5 時間乾燥する．これを用いて錠剤を作り，赤外吸収スペクトルを測定するとき，異常な吸収を認めない．

塩化カリウム，導電率測定用 〔K 8121，電気伝導率測定用〕

塩化カリウム・塩酸緩衝液 塩化カリウム溶液（3 → 20）250 mL に 2 mol/L 塩酸試液 53 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

塩化カリウム試液，0.2 mol/L 塩化カリウム 14.9 g を水に溶かし，1000 mL とする．用時製する．

塩化カリウム試液，酸性 塩化カリウム 250 g を水に溶かし，1000 mL とした液に塩酸 8.5 mL を加える．

塩化カルシウム 塩化カルシウム二水和物 を見よ．

塩化カルシウム，乾燥用 $CaCl_2$ 〔K 8124，塩化カルシウム（乾燥用）〕

塩化カルシウム，水分測定用 $CaCl_2$ 〔K 8125，塩化カルシウム（水分測定用）〕

塩化カルシウム試液 塩化カルシウム二水和物 7.5 g を水に溶かし，100 mL とする（0.5 mol/L）．

塩化カルシウム二水和物 $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8122，特級〕

塩化金酸 テトラクロロ金（Ⅲ）酸四水和物 を見よ．

塩化金酸試液 テトラクロロ金（Ⅲ）酸試液 を見よ．

塩化コバルト 塩化コバルト（Ⅱ）六水和物 を見よ．

塩化コバルト（Ⅱ）六水和物 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ 〔K 8129，特級〕

塩化コバルト・エタノール試液 塩化コバルト（Ⅱ）・エタノール試液 を見よ．

塩化コバルト（Ⅱ）・エタノール試液 塩化コバルト（Ⅱ）六水和物を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その 0.5 g をエタノール（99.5）に溶かし，100 mL とする．

塩化コバルト試液 塩化コバルト（Ⅱ） 試液 を見よ．

塩化コバルト（Ⅱ）試液 塩化コバルト（Ⅱ）六水和物 2 g に塩酸 1 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする（0.08 mol/L）．

塩化コリン 〔$(CH_3)_3NCH_2CH_2OH$〕Cl 白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 303 ～ 305 ℃（分解）．

水分〈2.48〉 本品 1 g 中，水分 1 mg 以下とする．

塩化水銀（Ⅱ） $HgCl_2$ 〔K 8139，特級〕

塩化水銀（Ⅱ）試液 塩化水銀（Ⅱ）5.4 g を水に溶かし，100 mL とする．

塩化水素・エタノール試液 塩酸 100 mL に硫酸 100 mL を徐々に滴加して発生した塩化水素を硫酸を入れた洗気瓶で乾燥し，これを氷冷したエタノール（99.5）75 g にその増量が 25 g に達するまで通じる．用時製する．

塩化スキサメトニウム，薄層クロマトグラフィー用 $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$ 〔医薬品各条，「スキサメトニウム塩化物水和物」〕

塩化スズ（Ⅱ）・塩酸試液 スズ 20 g に塩酸 85 mL を加え，水素が発生しなくなるまで加熱し，放冷する．この液 1 容量に希塩酸 10 容量を加える．用時製する．

塩化スズ（Ⅱ）試液 塩化スズ（Ⅱ）二水和物 1.5 g を少量の塩酸を含む水 10 mL に溶かす．スズの小片を入れた共栓瓶に保存する．調製後 1 箇月以内に用いる．

塩化スズ（Ⅱ）試液，酸性 塩化スズ（Ⅱ）二水和物 8 g を塩酸 500 mL に溶かす．共栓瓶に保存する．調製後 3 箇月以内に用いる．

塩化スズ（Ⅱ）二水和物 $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8136，特級〕

塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 塩化スズ（Ⅱ）二水和物 10 g を薄めた硫酸（3 → 200）に溶かし，100 mL とする．

塩化ストロンチウム $SrCl_2 \cdot 6H_2O$ 〔K 8132，特級〕

塩化第一スズ 塩化スズ（Ⅱ）二水和物 を見よ．

塩化第一スズ試液 塩化スズ（Ⅱ）試液 を見よ．

塩化第一スズ試液，酸性 塩化スズ（Ⅱ）試液，酸性 を見よ．

塩化第一スズ・硫酸試液 塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 を見よ．

塩化第二水銀 塩化水銀（Ⅱ） を見よ．

塩化第二鉄 塩化鉄（Ⅲ）六水和物 を見よ．

塩化第二鉄・酢酸試液 塩化鉄（Ⅲ）・酢酸試液 を見よ．

塩化第二鉄試液 塩化鉄（Ⅲ）試液 を見よ．

塩化第二鉄試液，希 塩化鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

塩化第二鉄試液，酸性 塩化鉄（Ⅲ）試液，酸性 を見よ．

塩化第二鉄・ピリジン試液，無水 塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液，無水 を見よ．

塩化第二鉄・メタノール試液 塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液 を見よ．

塩化第二鉄・ヨウ素試液 塩化鉄（Ⅲ）・ヨウ素試液 を見よ．

塩化第二銅 塩化銅（Ⅱ）二水和物 を見よ．

塩化第二銅・アセトン試液 塩化銅（Ⅱ）・アセトン試液 を見よ．

塩化チオニル $SOCl_2$ 無色～淡黄色の澄明な液で，刺激臭がある．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：約 1.65（第 3 法）

含量 95 % 以上． 定量法 本品 0.1 g をはかり瓶に精密に量り，約 5 ℃ の水 50 mL を入れた共栓三角フラスコにはかり瓶ごと入れ，直ちに栓をし，注意して溶かした後，この液を 200 mL ビーカーに移す．共栓三角フラスコ及びはかり瓶を水 30 mL で洗い，洗液はビーカー中の液に合わせる．ポリビニルアルコール溶液（1 → 10）1 滴を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.949 mg $SOCl_2$

塩化チタン（Ⅲ）（20） $TiCl_3$ 〔K 8401，塩化チタン（Ⅲ）溶液，特級〕遮光した共栓瓶に保存する．

塩化チタン（Ⅲ）試液 塩化チタン（Ⅲ）（$TiCl_3$）が 15 g/dL となるように塩化チタン（Ⅲ）（20）に希塩酸を加える．用

時製する．

含量　14.0 ～ 16.0 g/dL．　定量法　本品 2 mL を正確に量り，水 200 mL 及び塩酸溶液（2 → 3）5 mL を加え，二酸化炭素を通じながら 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チオシアン酸アンモニウム試液 5 mL）．ただし，滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする．

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）液 1 mL
＝ 15.42 mg $TiCl_3$

塩化チタン（Ⅲ）・硫酸試液　塩化チタン（Ⅲ）試液 20 mL を硫酸 13 mL と注意して混合し，この液に過酸化水素（30）を少量ずつ液が黄色となるまで注意して加え，次いで白煙を生ずるまで加熱する．冷後，水を加えて再び同様に加熱し，この操作を液が無色になるまで繰り返した後，水を加えて 100 mL とする．

塩化鉄（Ⅲ）・酢酸試液　塩化鉄（Ⅲ）六水和物 0.1 g を薄めた酢酸（31）（3 → 100）に溶かし，100 mL とする．

塩化鉄（Ⅲ）試液　塩化鉄（Ⅲ）六水和物 9 g を水に溶かし，100 mL とする（0.33 mol/L）．

塩化鉄（Ⅲ）試液，希　塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL に水を加えて 100 mL とする．用時製する．

塩化鉄（Ⅲ）試液，酸性　酢酸（100）60 mL に硫酸 5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加える．

塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液，無水　塩化鉄（Ⅲ）六水和物 1.7 g をとり，直火で徐々に加熱し，融解，固化させる．冷後，クロロホルム 100 mL に溶かし，更にピリジン 8 mL を加え，ろ過する．

塩化鉄（Ⅲ）・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液　塩化鉄（Ⅲ）試液 20 mL にヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム 0.1 g を溶かす．用時製する．

塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液　塩化鉄（Ⅲ）六水和物 1 g をメタノールに溶かし，100 mL とする．

塩化鉄（Ⅲ）・ヨウ素試液　塩化鉄（Ⅲ）六水和物 5 g 及びヨウ素 2 g にアセトン 50 mL 及び L-酒石酸溶液（1 → 5）50 mL の混液を加えて溶かす．

塩化鉄（Ⅲ）六水和物　$FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 〔K 8142，特級〕

塩化テトラ *n*-ブチルアンモニウム　$C_{16}H_{36}ClN$　白色の結晶で，潮解性がある．

水分〈2.48〉　6.0 % 以下（0.1 g）．

含量　換算した脱水物に対し 95.0 % 以上．　定量法　本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 23.97 mg $C_{11}H_{13}N_3O \cdot HCl$

塩化銅（Ⅱ）・アセトン試液　塩化銅（Ⅱ）二水和物 0.3 g をアセトンに溶かし，10 mL とする．

塩化銅（Ⅱ）二水和物　$CuCl_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8145，特級〕

塩化トリフェニルテトラゾリウム　2,3,5-トリフェニル-2*H*-テトラゾリウム塩酸塩　を見よ．

塩化トリフェニルテトラゾリウム試液　2,3,5-トリフェニル-2*H*-テトラゾリウム塩酸塩試液　を見よ．

塩化ナトリウム　NaCl 〔K 8150，特級〕

塩化ナトリウム試液　塩化ナトリウム 10 g を水に溶かし，100 mL とする．

塩化ナトリウム試液，0.1 mol/L　塩化ナトリウム 6 g を水に溶かし，1000 mL とする．

塩化ナトリウム試液，1 mol/L　塩化ナトリウム 29.22 g を水に溶かし，500 mL とする．

塩化ナトリウム（標準試薬）　NaCl 〔K 8005，容量分析用標準物質〕

塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液　4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液　を見よ．

塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液，噴霧用　4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用　を見よ．

塩化白金酸　ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸六水和物　を見よ．

塩化白金酸試液　ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液　を見よ．

塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液　ヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液　を見よ．

塩化パラジウム　塩化パラジウム（Ⅱ）　を見よ．

塩化パラジウム（Ⅱ）　$PdCl_2$ 〔K 8154，特級〕

塩化パラジウム（Ⅱ）試液　塩化パラジウム（Ⅱ）0.2 g に 0.25 mol/L 硫酸試液 500 mL を加え，必要ならば加熱して溶かし，冷後，0.25 mol/L 硫酸試液を加えて 1000 mL とする．

塩化パラジウム試液　塩化パラジウム（Ⅱ）試液　を見よ．

塩化バリウム　塩化バリウム二水和物　を見よ．

塩化バリウム試液　塩化バリウム二水和物 12 g を水に溶かし，100 mL とする（0.5 mol/L）．

塩化バリウム二水和物　$BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8155，特級〕

塩化パルマチン　$C_{21}H_{22}ClNO_4 \cdot nH_2O$　黄褐色の結晶性の粉末である．

純度試験　本品 1 mg を量り，メタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，「オウバク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりベルベリンの保持時間の 2 倍まで試験を行う．試料溶液のパルマチン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない．

塩化ビニル　C_2H_3Cl　無色の気体である．

沸点〈2.57〉　－14 ℃

融点〈2.60〉　－160 ℃

塩化 *n*-ブチル　$CH_3(CH_2)_3Cl$　無色澄明の液で，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和し，水にほとんど溶けない．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.401 ～ 1.405

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.884 ～ 0.890

沸点〈2.57〉　約 78 ℃

塩化ベルベリン　$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$ 〔医薬品各条，「ベルベリン塩化物水和物」〕

塩化ベルベリン，薄層クロマトグラフィー用　〔医薬品各条，「ベルベリン塩化物水和物」ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，「オウバク」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から

得たスポットより濃くない.〕

塩化ベンザルコニウム 〔医薬品各条,「ベンザルコニウム塩化物」〕

塩化ベンゼトニウム，定量用 $C_{27}H_{42}ClNO_2$ 〔医薬品各条,「ベンゼトニウム塩化物」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩化ベンゾイル C_6H_5COCl 〔K 8158，特級〕

塩化マグネシウム 塩化マグネシウム六水和物 を見よ.

塩化マグネシウム六水和物 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 〔K 8159，特級〕

塩化メチルロザニリン クリスタルバイオレット を見よ.

塩化メチルロザニリン試液 クリスタルバイオレット試液 を見よ.

塩化リゾチーム用基質試液 基質試液，塩化リゾチーム用 を見よ.

塩化リチウム LiCl 白色の結晶又は塊である.

確認試験 本品につき，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，持続する赤色を呈する.

塩酸 HCl 〔K 8180，特級〕

塩酸，希 塩酸 23.6 mL に水を加えて 100 mL とする（10 %）.

塩酸，精製 薄めた塩酸（1 → 2）1000 mL に過マンガン酸カリウム 0.3 g を加えて蒸留し，初留液 250 mL を除き，次の留液 500 mL をとる.

塩酸 4–アミノアンチピリン $C_{11}H_{13}N_3O \cdot HCl$ 淡黄色の結晶性の粉末で水に溶ける．融点：232 ～ 238 ℃（分解）.

純度試験 溶状 本品 1 g を水 25 mL に溶かすとき，ほとんど澄明である.

含量 100.6 ～ 108.5 %. 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，必要ならば 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和し（指示薬：赤色リトマス紙），ジクロロフルオレセイン試液 4 滴を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する.

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 27.79 mg $C_{16}H_{36}ClN$

塩酸 4–アミノアンチピリン試液 塩酸 4–アミノアンチピリン 1 g を水に溶かし，50 mL とする.

塩酸 4–アミノフェノール $HOC_6H_4NH_2 \cdot HCl$ 白色又はわずかに着色した結晶で，水又はエタノール（95）に溶けやすい．融点：約 306 ℃（分解）.

含量 99.0 % 以上. 定量法 本品約 0.17 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL 及び非水滴定用酢酸水銀（Ⅱ）試液 5 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*–ナフトールベンゼイン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液 1 mL
= 14.56 mg C_6H_8NOCl

貯法 遮光した気密容器.

塩酸 *p*–アミノフェノール 塩酸 4–アミノフェノール を見よ.

塩酸 L–アルギニン $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「L–アルギニン塩酸塩」〕

塩酸イソプロメタジン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ 白色の結晶性の粉末でにおいはなく，水，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点〈*2.60*〉 193 ～ 197 ℃

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg をとり，エタノール（95）25 mL を正確に加えて溶かした液につき,「プロメタジン塩酸塩」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.65 の主スポット以外のスポットを認めない.

塩酸イミプラミン $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「イミプラミン塩酸塩」〕

塩酸・エタノール試液 塩酸 23.6 mL にエタノール（95）を加えて 100 mL とする.

塩酸エチレフリン $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「エチレフリン塩酸塩」〕

塩酸エチレフリン，定量用 $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「エチレフリン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，エチレフリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸 6–エピドキシサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ 黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

純度試験 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき,「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」の純度試験（2）を準用し，試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，6–エピドキシサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である.

塩酸エフェドリン $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「エフェドリン塩酸塩」〕

塩酸エフェドリン，定量用 $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「エフェドリン塩酸塩」ただし，次の試験に適合するもの〕

純度試験 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のエフェドリンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は,「マオウ」の定量法の操作条件を準用する.

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たエフェドリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たエフェドリンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエフェドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

塩酸エメチン，成分含量測定用 $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl \cdot nH_2O$ 白色又は淡黄色の結晶性の粉末である．水にやや溶けやすい.

融点〈2.60〉 約 250 ℃〔分解，ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃）で 5 時間乾燥後〕．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（283 nm）：116 ～ 127（10 mg，薄めたメタノール（1 → 2），400 mL）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃）で 5 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエメチン以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のエメチンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「トコン」の成分含量測定法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たエメチンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たエメチンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：エメチンの保持時間の約 3 倍の範囲

塩酸・塩化カリウム緩衝液，pH 2.0 0.2 mol/L 塩酸 10.0 mL に 0.2 mol/L 塩化カリウム試液 88.0 mL を加え，更に 0.2 mol/L 塩酸又は 0.2 mol/L 塩化カリウム試液を加えて pH を 2.0 ± 0.1 に調整した後，水を加えて 200 mL とする．

塩酸オキシコドン，定量用 $C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$〔医薬品各条，「オキシコドン塩酸塩水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対してオキシコドン塩酸塩（$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸クロルプロマジン，定量用 $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$〔医薬品各条，「クロルプロマジン塩酸塩」〕

塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 3.5 酢酸アンモニウム 25 g を 6 mol/L 塩酸試液 45 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

塩酸 2,4-ジアミノフェノール $C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$ 微黄褐色～灰黄緑色の結晶性の粉末で，水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにはほとんど溶けない．

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明又はわずかに混濁する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 9.854 mg $C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$

塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液 塩酸 2,4-ジアミノフェノール 1 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 20 g を水 100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

塩酸試液，0.001 mol/L 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，0.01 mol/L 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，0.02 mol/L 0.2 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，0.05 mol/L 0.5 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，0.1 mol/L 1 mol/L 塩酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，0.2 mol/L 塩酸 18 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，0.5 mol/L 塩酸 45 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，1 mol/L 塩酸 90 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，2 mol/L 塩酸 180 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，3 mol/L 塩酸 270 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，5 mol/L 塩酸 450 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，6 mol/L 塩酸 540 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，7.5 mol/L 塩酸 675 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸試液，10 mol/L 塩酸 900 mL に水を加えて 1000 mL とする．

塩酸ジエタノールアミン $C_4H_{11}NO_2 \cdot HCl$ 淡黄色の液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.515 ～ 1.519

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.259 ～ 1.263

水分〈2.48〉 本品 1 g 中，水分は 1 mg 以下とする．

L-塩酸システイン L-システイン塩酸塩一水和物 を見よ．

塩酸ジフェニドール $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$〔医薬品各条，「ジフェニドール塩酸塩」〕

塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$ 塩酸ジフェニドール 1 g に 1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え，還流冷却器を付け，1 時間加熱する．冷後，クロロホルム 30 mL ずつで 2 回抽出する．クロロホルム油出液を合わせ，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，クロロホルムを減圧で留去する．残留物をジエチルエーテル/エタノール（95）混液（3：1）から再結晶し，得られた結晶をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥する．白色の結晶又は結晶性の粉末である．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（250 nm）：386 ～ 446（0.01 g，水，1000 mL）．

融点〈2.60〉 176 ～ 180 ℃

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 20 mL を加え，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.40 mg $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$

塩酸ジブカイン $C_{20}H_{29}N_3O_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「ジブカイン塩酸塩」〕

塩酸 *N*,*N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミン *N*,*N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩 を見よ.

塩酸ジルチアゼム $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「ジルチアゼム塩酸塩」〕

塩酸スレオプロカテロール $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ 塩酸プロカテロールに 10 倍容量の 3 mol/L 塩酸試液を加え，3 時間加熱還流する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和（pH 8.5）し，析出する結晶をろ取する．この結晶を水に懸濁し，塩酸を加えて pH 1 ～ 2 として溶解した後，更に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，析出する結晶をろ取する．この結晶を 2-プロパノールに懸濁した後，塩酸を加えて pH 1 ～ 2 とする．結晶が溶解し，再び結晶が析出する．この結晶をろ取し，約 60 ℃ で通風乾燥する．白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．融点：約 207 ℃（分解）.

純度試験 本品 0.10 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 μL につき，「プロカテロール塩酸塩水和物」の純度試験（3）の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりスレオプロカテロールの量を求めるとき，95.0 % 以上である．ただし，検出感度は試料溶液 5.0 mL に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とした液 2 μL から得たスレオプロカテロールのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 10 % となるように調整し，面積測定範囲は溶媒のピークの後からスレオプロカテロールの保持時間の約 2 倍の範囲とする.

塩酸セフカペンピボキシル $C_{23}H_{29}N_5O_8S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$〔医薬品各条,「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」〕

塩酸セミカルバジド $H_2NNHCONH_2 \cdot HCl$ 白色～淡黄色の結晶である.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に，硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる.

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3420 cm^{-1}，3260 cm^{-1}，2670 cm^{-1}，1684 cm^{-1}，1582 cm^{-1}，1474 cm^{-1}，1386 cm^{-1}，1210 cm^{-1}，1181 cm^{-1}，770 cm^{-1} 及び 719 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

塩酸タムスロシン $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「タムスロシン塩酸塩」〕

塩酸チアラミド，定量用 $C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「チアラミド塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，チアラミド塩酸塩（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸テトラサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

純度試験 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして 25 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき,「オキシテトラサイクリン塩酸塩」の純度試験（2）を準用し，試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テトラサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である.

塩酸ドパミン，定量用 $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「ドパミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸トリメタジジン，定量用 $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ 〔医薬品各条,「トリメタジジン塩酸塩」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸ニカルジピン，定量用 $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「ニカルジピン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸パパベリン $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「パパベリン塩酸塩」〕

塩酸パパベリン，定量用 $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「パパベリン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，パパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸パラアミノフェノール 塩酸 4-アミノフェノール を見よ.

L-塩酸ヒスチジン L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 を見よ.

塩酸ヒドララジン $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「ヒドララジン塩酸塩」〕

塩酸ヒドララジン，定量用 $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ 〔医薬品各条,「ヒドララジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上含むもの〕

塩酸ヒドロキシアンモニウム $NH_2OH \cdot HCl$ 〔K 8201，塩化ヒドロキシルアンモニウム，特級〕

塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 塩酸ヒドロキシアンモニウム 34.8 g を水に溶かして 100 mL とし，A 液とする．酢酸ナトリウム三水和物 10.3 g 及び水酸化ナトリウム 86.5 g をとり，水に溶かして 1000 mL とし，B 液とする．A 液 1 容，B 液 1 容及びエタノール（95）4 容を混和する.

塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液 塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 200）100 mL に塩酸を加えて酸性とし，塩酸ヒドロキシアンモニウム 1 g を加えて溶かす.

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 塩酸ヒドロキシアンモニウム 20 g を水に溶かし，65 mL とする．この液を分液漏斗に入れ，チモールブルー試液 2 ～ 3 滴を加え，液が黄色を呈するまでアンモニア水（28）を加え，更に *N*,*N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 25）10 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置する．次にこの液をクロロホルム 10 ～ 15 mL で抽出し，抽出液 5 mL に硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 100）5 滴を加えて振り混ぜるとき，液が黄色を呈しなくなるまで抽出を繰り返す．この水層にチモールブルー試液 1 ～ 2 滴を加え，液が赤色を呈するまで希塩酸を滴加し，更に水を加えて 100 mL とする.

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液，pH 3.1　塩酸ヒドロキシアンモニウム 6.9 g を水 80 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.1 に調整し，更に水を加えて 100 mL とする．

塩酸ヒドロキシルアミン　塩酸ヒドロキシアンモニウム　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液　塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン試液　塩酸ヒドロキシアンモニウム試液　を見よ．

塩酸ヒドロキシルアミン試液，pH 3.1　塩酸ヒドロキシアンモニウム試液，pH 3.1　を見よ．

塩酸ヒドロコタルニン，定量用　$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$ 〔医薬品各条，「ヒドロコタルニン塩酸塩水和物」ただし，乾燥したものを定量するとき，ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸ピペリジン　$C_5H_{11}N \cdot HCl$　白色の結晶性の粉末で，水又はメタノールに溶ける．本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融点〈*2.60*〉　247 ～ 252 ℃

溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，薄めた硝酸（1 → 3）5 mL を加えた後，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 12.16 mg $C_5H_{11}N \cdot HCl$

塩酸 1–(4–ピリジル）ピリジニウムクロリド　$C_{10}H_9ClN_2 \cdot HCl$　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　154 ～ 156 ℃

塩酸ピリドキシン　$C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「ピリドキシン塩酸塩」〕

塩酸 *o*–フェナントロリン　塩酸 1,10–フェナントロリニウム一水和物　を見よ．

塩酸 1,10–フェナントロリニウム一水和物　$C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ 〔K 8202，塩化 1,10–フェナントロリニウム一水和物，特級〕

塩酸フェニルヒドラジニウム　$C_6H_5NHNH_2 \cdot HCl$ 〔K 8203，塩化フェニルヒドラジニウム，特級〕

塩酸フェニルヒドラジニウム試液　希エタノールから再結晶した塩酸フェニルヒドラジニウム 65 mg をとり，別に水 80 mL に硫酸 170 mL を注意しながら加えた液 100 mL に溶かす．

塩酸フェニルヒドラジン　塩酸フェニルヒドラジニウム　を見よ．

塩酸フェニルヒドラジン試液　塩酸フェニルヒドラジニウム試液　を見よ．

塩酸フェニルピペラジン　$C_{10}H_{14}N_2 \cdot HCl$　白色の粉末である．融点：約 247 ℃（分解）．

塩酸フェネチルアミン　$C_6H_5CH_2CH_2NH_2 \cdot HCl$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　220 ～ 225 ℃

塩酸プソイドエフェドリン　$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，無水酢酸にほとんど溶けない．融点：182 ～ 186 ℃

純度試験　類縁物質　本品 1 mg を薄めたメタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「葛根湯エキス」の定量法（1）を準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉によりエフェドリンの保持時間の 2 倍まで試験を行う．試料溶液のプソイドエフェドリン以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない．

塩酸プロカイン　$C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「プロカイン塩酸塩」〕

塩酸プロカイン，定量用　$C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「プロカイン塩酸塩」〕

塩酸プロカインアミド　$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「プロカインアミド塩酸塩」〕

塩酸プロカインアミド，定量用　$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「プロカインアミド塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸プロカテロール　$C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2\ H_2O$ 〔医薬品各条，「プロカテロール塩酸塩水和物」〕

塩酸・2–プロパノール試液　2–プロパノール 100 mL に塩酸 0.33 mL を加えて混和し，遮光して冷所で保存する．

塩酸プロプラノロール，定量用　$C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「プロプラノロール塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$）99.5 % 以上を含むもの〕

塩酸ペチジン，定量用　$C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「ペチジン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸ベニジピン　$C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「ベニジピン塩酸塩」〕

塩酸ベニジピン，定量用　$C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「ベニジピン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$）99.5 % 以上を含むもの〕

塩酸ベラパミル，定量用　$C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ 〔医薬品各条，「ベラパミル塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸ベンゾイルメサコニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{31}H_{43}NO_{10} \cdot HCl \cdot xH_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水又はエタノール（99.5）にやや溶けやすい．融点：約 250 ℃（分解）．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をとり，エタノール（99.5）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の

主スポット以外のスポットを認めない．

塩酸メタサイクリン　$C_{22}H_{22}N_2O_8$・HCl　黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」の純度試験（2）を準用し，試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，メタサイクリン以外のピークの合計量は 10 % 以下である．

塩酸・メタノール試液，0.01 mol/L　0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする．

塩酸・メタノール試液，0.05 mol/L　0.5 mol/L 塩酸試液 100 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする．

***dl*-塩酸メチルエフェドリン**　$C_{11}H_{17}NO$・HCl 〔医薬品各条，「*dl*-メチルエフェドリン塩酸塩」〕

***dl*-塩酸メチルエフェドリン，定量用**　$C_{11}H_{17}NO$・HCl 〔医薬品各条，「*dl*-メチルエフェドリン塩酸塩」〕

塩酸メトホルミン，定量用　$C_4H_{11}N_5$・HCl 〔医薬品各条，「メトホルミン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸メピバカイン，定量用　$C_{15}H_{22}N_2O$・HCl 〔医薬品各条，「メピバカイン塩酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O$・HCl）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸メフロキン　$C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl 〔医薬品各条，「メフロキン塩酸塩」〕

塩酸モルヒネ　〔医薬品各条，「モルヒネ塩酸塩水和物」〕

塩酸モルヒネ，定量用　$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$ 〔医薬品各条，「モルヒネ塩酸塩水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対しモルヒネ塩酸塩（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl）99.0 % 以上を含むもの〕

塩酸 L-リジン　$C_6H_{14}N_2O_2$・HCl 〔医薬品各条，「L-リジン塩酸塩」〕

塩酸リトドリン　$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl 〔医薬品各条，「リトドリン塩酸塩」〕

塩酸ロキサチジンアセタート　$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl 〔医薬品各条，「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」〕

塩素　Cl_2　窒息性のにおいがある黄緑色の気体で，空気より重く，水に溶ける．サラシ粉に塩酸を作用させて製する．耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい．

塩素酸カリウム　$KClO_3$ 〔K 8207，特級〕

塩素試液　塩素の飽和水溶液を用いる．遮光した共栓瓶に入れ，全満してなるべく冷所に保存する．

遠藤培地　普通カンテン培地 1000 mL を水溶中で加温して溶かし，pH を 7.5 ～ 7.8 に調整し，これにあらかじめ少量の水に溶かした乳糖一水和物 10 g を加え，よく混和した後，フクシン・エタノール試液 1 mL を加え，冷却して約 50 ℃ になったとき，新たに製した亜硫酸ナトリウム七水和物溶液（1 → 10）を液が淡赤色になるまで少量ずつ滴加する．この際の亜硫酸ナトリウム七水和物溶液（1 → 10）は約 10 ～ 15 mL を要する．この液を分注し，100 ℃ で 15 分間，1 日 1 回，3 日間，間けつ滅菌する．

遠藤平板培地　遠藤培地を加熱して溶解した後，約 50 ℃ に冷却し，その約 20 mL をペトリ皿にとり，水平にして固まらせる．次に皿のふたを少し開いてふらん器内に入れ，内部の水蒸気及び平板上の凝固水を揮散させる．

エンドトキシン試験用水　〔医薬品各条，「注射用水」又はその他の方法により製造した水で，エンドトキシン試験に用いるライセート試薬の検出限界で反応を示さないもの〕

エンドトキシン試験用トリス緩衝液　トリス緩衝液，エンドトキシン試験用　を見よ．

エンフルラン　$C_3H_2ClF_5O$ 〔医薬品各条〕

オウゴニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{12}O_5$　黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：204 ～ 208 ℃

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 207 ～ 211 nm 及び 273 ～ 277 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき，「柴苓湯エキス」の確認試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

王水　塩酸 3 容量に硝酸 1 容量を加える．用時製する．

***p*-オキシ安息香酸**　パラオキシ安息香酸　を見よ．

***p*-オキシ安息香酸イソプロピル**　パラオキシ安息香酸イソプロピル　を見よ．

***p*-オキシ安息香酸ベンジル**　パラオキシ安息香酸ベンジル　を見よ．

2-オキシ-1-(2′-オキシ-4′-スルホ-1′-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸　2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸　を見よ．

8-オキシキノリン　8-キノリノール　を見よ．

オキシトシン　$C_{43}H_{66}N_{12}O_{12}S_2$ 〔医薬品各条〕

***n*-オクタデカン**　$C_{18}H_{38}$　常温では無色又は白色の固体である．

純度試験　溶状　本品のクロロホルム溶液（1 → 25）は澄明である．

オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用　前処理用に製造したもの．

1-オクタノール　$CH_3(CH_2)_6CH_2OH$ 〔K 8213，特級〕

***n*-オクタン**　C_8H_{18}

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：0.700 ～ 0.705

純度試験　本品 2 μL につき，「ヒプロメロース」の定量法の操作条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により *n*-オクタンの量を求めるとき，99.0 % 以上である．

オクタン，イソ　無色の液で，水にほとんど溶けない．クロロホルム又はジエチルエーテルと混和する．

純度試験　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 230 nm，250 nm 及び 280 nm における吸光度は，それぞれ 0.050，0.010 及び 0.005 以下である．

1-オクタンスルホン酸ナトリウム　$CH_3(CH_2)_7SO_3Na$　白色の結晶又は粉末である．

強熱残分〈*2.44*〉　32.2 ～ 33.0 %（1.0 g）．

オクチルアルコール 1-オクタノール を見よ．

***n*-オクチルベンゼン** $C_{14}H_{22}$ 無色澄明の液で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.854 ～ 0.863

蒸留試験〈2.57〉 263 ～ 265 ℃，95 vol% 以上．

オストール，薄層クロマトグラフィー用 $C_{15}H_{16}O_3$ 白色の結晶性の粉末で，においはない．メタノール又は酢酸エチルに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：83 ～ 84 ℃

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき，「ジャショウシ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

オフロキサシン脱メチル体 「(±)-9-フルオロ-2,3-ジヒドロ-3-メチル-7-オキソ-7*H*-10-(1-ピペラジニル)-ピリド[1,2,3-*de*][1,4]ベンゾキサジン-6-カルボン酸」 $C_{17}H_{18}FN_3O_4$ 白色～淡緑黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3050 cm^{-1}，2840 cm^{-1}，1619 cm^{-1}，1581 cm^{-1}，1466 cm^{-1}，1267 cm^{-1}，1090 cm^{-1}，1051 cm^{-1} 及び 816 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

オリブ油 〔医薬品各条〕

オルシン $C_7H_8O_2$ 白色～淡赤褐色の結晶又は結晶性の粉末で，不快な甘味を有し，空気中で酸化されて赤くなる．水，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶ける．

融点〈2.60〉 107 ～ 111 ℃

オルシン・塩化第二鉄試液 オルシン・塩化鉄（Ⅲ）試液 を見よ．

オルシン・塩化鉄（Ⅲ）試液 塩化鉄（Ⅲ）六水和物の塩酸溶液（1 → 1000）1 mL にオルシン 10 mg を加えて溶かす．用時製する．

オルトキシレン *o*-キシレン を見よ．

オルトトルエンスルホンアミド *o*-トルエンスルホンアミド を見よ．

海砂 〔K 8222，特級〕

カイニン酸 $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ 〔医薬品各条，「カイニン酸水和物」〕

カイニン酸，定量用 $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ 〔医薬品各条，「カイニン酸水和物」〕

過塩素酸 $HClO_4$ 〔K 8223，特級，密度約 1.67 g/mL，濃度 70.0 ～ 72.0 %〕

過塩素酸・エタノール試液 過塩素酸 25.5 mL をエタノール（99.5）50 mL に注意しながら加え，冷後，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする（3 mol/L）．

過塩素酸カリウム $KClO_4$ 〔K 8226，特級〕

過塩素酸第二鉄 過塩素酸鉄（Ⅲ）六水和物 を見よ．

過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 を見よ．

過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 過塩素酸鉄（Ⅲ）六水和物 0.8 g を過塩素酸・エタノール試液に溶かし，100 mL とする．

貯法 気密容器に入れ，冷所に保存する．

過塩素酸鉄（Ⅲ）六水和物 $Fe(ClO_4)_3 \cdot 6H_2O$ 吸湿性のある薄紫色の結晶で，エタノール（99.5）溶液（1 → 125）は澄明な橙赤色を呈する．

過塩素酸ナトリウム $NaClO_4 \cdot H_2O$ 〔K 8227，過塩素酸ナトリウム一水和物，特級〕

過塩素酸バリウム $Ba(ClO_4)_2$ 〔K 9551，特級〕

過塩素酸ヒドロキシルアミン $NH_2OH \cdot HClO_4$ 吸湿性のある白色結晶で，水又はエタノール（95）に溶ける．

融点〈2.60〉 87.5 ～ 90 ℃

過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 2.99 mL にエタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．

貯法 気密容器に入れ，冷所に保存する．

過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 過塩素酸ヒドロキシルアミンを 13.4 % 含むエタノール（99.5）溶液である．

貯法 気密容器に入れ，冷所に保存する．

過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 を見よ．

過塩素酸・無水エタノール試液 過塩素酸・エタノール試液 を見よ．

過ギ酸 ギ酸 9 容量に過酸化水素（30）1 容量を混和し，室温で 2 時間放置する．

貯法 冷所に保存する．

核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸 重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水 重水，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸 重水素化ギ酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド 重水素ジメチルスルホキシド，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン 重水素化ピリジン，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール 重水素化メタノール，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化溶媒 重水素化溶媒，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシラン テトラメチルシラン，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用トリフルオロ酢酸 トリフルオロ酢酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用 を見よ．

過酸化水素（30） H_2O_2 〔K 8230，過酸化水素，特級，濃度 30.0 ～ 35.5 %〕

過酸化水素試液 過酸化水素（30）1 容量に水 9 容量を加える．用時製する（3 %）．

過酸化水素試液，希 過酸化水素（30）1 mL に水 500 mL

を混和する．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とする．用時製する．

過酸化水素水，強　過酸化水素（30）　を見よ．

過酸化水素・水酸化ナトリウム試液　水/過酸化水素（30）混液（9：1）にブロモフェノールブルー試液 3 滴を加え，液の色が紫青色を呈するまで 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加える．用時製する．

過酸化ナトリウム　Na_2O_2〔K 8231，特級〕

過酸化ベンゾイル，25 % 含水　$(C_6H_5CO)_2O_2$　白色の湿った結晶又は粉末で，クロロホルム又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品を乾燥したものの融点〈*2.60*〉　103 ～ 106 ℃（分解）．

乾燥減量〈*2.41*〉　30 % 以下（0.1 g，減圧，シリカゲル，恒量）．

ガスクロマトグラフィー用アセトアルデヒド　アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステル　アルキレングリコールフタル酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用エタノール　エタノール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステル　コハク酸ジエチレングリコールポリエステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピル–6 % フェニル–メチルシリコーンポリマー　6 % シアノプロピル–6 % フェニル–メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 7 % シアノプロピル–7 % フェニル–メチルシリコーンポリマー　7 % シアノプロピル–7 % フェニル–メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル　ジエチレングリコールアジピン酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステル　ジエチレングリコールコハク酸エステル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン　5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸　ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物（L）　石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物（L），ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 D–ソルビトール　D–ソルビトール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン　テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン　テトラヒドロフラン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用テレフタル酸　テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノール　ノニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸　パルミチン酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル–25 % シアノプロピル–メチルシリコーンポリマー　25 % フェニル–25 % シアノプロピル–メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル–メチルシリコーンポリマー　35 % フェニル–メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル–メチルシリコーンポリマー　50 % フェニル–メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル–メチルシリコーンポリマー　65 % フェニル–メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル– 50 % メチルポリシロキサン　50 % フェニル–50 % メチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール　ポリアルキレングリコール，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールモノエーテル　ポリアルキレングリコールモノエーテル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物　ポリエチレングリコールエステル化物，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 400　ポリエチレングリコール 400，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600　ポリエチレングリコール 600，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 1500　ポリエチレングリコール 1500，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000　ポリエチレングリコール 6000，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15000 – ジエポキシド　ポリエチレングリコール 15000 – ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M　ポリエチレングリコール 20 M，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸　無水トリフルオロ酢酸，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマー　メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

カゼイン，乳製　カゼイン（乳製）　を見よ．

カゼイン（乳製）〔K 8234，特級〕

カゼイン製ペプトン　ペプトン，カゼイン製　を見よ．

活性アルミナ　吸着力の特に強い酸化アルミニウム．

活性炭〔医薬品各条，「薬用炭」〕

活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液　リン脂質 0.4 mg に相当する量の活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬をとり，水 1 mL に溶かす．

活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬　ウサギ脳から抽出，精製したリン脂質（0.4 mg/mL）を 2-[4-(2-ヒドロキシメチル)-1-ピペラジニル]プロパンスルホン酸溶液（61 → 5000）1 mL に懸濁し，シリカゲル 4.3 mg 及びデキストランを添加後，凍結乾燥したもので，ヒト正常血漿を用いたときの活性部分トロンボプラスチン時間は 25 ～ 45 秒である．

カテコール　$C_6H_4(OH)_2$〔K 8240，特級〕

果糖　$C_6H_{12}O_6$〔医薬品各条〕

カドミウム地金　Cd〔H 2113，1 種〕

カドミウム・ニンヒドリン試液　酢酸カドミウム二水和物 0.05 g に水 5 mL 及び酢酸（100）1 mL を加えて溶かし，更に 2-ブタノンを加えて 50 mL とする．この液にニンヒドリン 0.1 g を加えて溶かす．用時製する．

カフェイン　$C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$〔医薬品各条，「カフェイン水和物」〕

カフェイン，無水　$C_8H_{10}N_4O_2$〔医薬品各条，「無水カフェイン」〕

カプサイシン，成分含量測定用　薄層クロマトグラフィー用カプサイシン．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$（281 nm）：97 ～ 105（0.01 g，メタノール，200 mL）．ただし，デシケーター（減圧，酸化リン（V），40 ℃）で 5 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 0.010 g をメタノール 50 mL に溶かし，試験溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカプサイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のカプサイシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカプサイシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

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

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たカプサイシンのピーク面積が，標準溶液のカプサイシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{18}H_{27}NO_3$　白色の結晶で強い刺激臭がある．メタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95），ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　64.5 ～ 66.5 ℃

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

カプリル酸　$CH_3(CH_2)_6COOH$　無色澄明の油状液体で，わずかに不快なにおいがある．エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.426 ～ 1.430

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：0.908 ～ 0.912

蒸留試験〈*2.57*〉　238 ～ 242 ℃，95 vol% 以上．

***n*-カプリル酸エチル**　$C_{10}H_{20}O_2$　無色～ほとんど無色澄明の液体である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.864 ～ 0.871

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g を，ジクロロメタン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）5 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の *n*-カプリル酸エチル以外のピークの合計面積は標準溶液（1）の *n*-カプリル酸エチルのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ハッカ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）5 μL から得た *n*-カプリル酸エチルのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）5 μL から得た *n*-カプリル酸エチルのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から *n*-カプリル酸エチルの保持時間の約 3 倍の範囲

過マンガン酸カリウム　$KMnO_4$〔K 8247，特級〕

過マンガン酸カリウム試液　過マンガン酸カリウム 3.3 g を水に溶かし，1000 mL とする（0.02 mol/L）．

過マンガン酸カリウム試液，酸性　過マンガン酸カリウム試液 100 mL に硫酸 0.3 mL を加える．

過ヨウ素酸カリウム　KIO_4〔K 8249，過よう素酸カリウム，特級〕

過ヨウ素酸カリウム試液　過ヨウ素酸カリウム 2.8 g に水 200 mL を加え，これに硫酸 20 mL を振り混ぜながら滴加して溶かし，冷後，水を加えて 1000 mL とする．

過ヨウ素酸ナトリウム　$NaIO_4$〔K 8256，過よう素酸ナトリウム，特級〕

過ヨウ素酸ナトリウム試液　過ヨウ素酸ナトリウム 60.0 g を 0.05 mol/L 硫酸試液 120 mL 及び水に溶かし，1000 mL とする．遮光して保存する．

ガラクトース D−ガラクトース を見よ．

D−ガラクトース $C_6H_{12}O_6$ 白色の結晶，粒又は粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3390 cm^{-1}，3210 cm^{-1}，3140 cm^{-1}，1151 cm^{-1}，1068 cm^{-1}，956 cm^{-1}，836 cm^{-1}，765 cm^{-1} 及び 660 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：+79 ～ +82°（デシケーター（シリカゲル）で 18 時間乾燥後，2.5 g，薄めたアンモニア水 (28)（1 → 300），25 mL，100 mm）．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液（1） 基質試液（1），カリジノゲナーゼ測定用 を見よ．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液（2） 基質試液（2），カリジノゲナーゼ測定用 を見よ．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液（3） 基質試液（3），カリジノゲナーゼ測定用 を見よ．

カリジノゲナーゼ測定用基質試液（4） 基質試液（4），カリジノゲナーゼ測定用 を見よ．

過硫酸アンモニウム ペルオキソ二硫酸アンモニウム を見よ．

過硫酸カリウム ペルオキソ二硫酸カリウム を見よ．

カルバゾクロム $C_{10}H_{12}N_4O_3$ 黄赤色～赤色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約 222 ℃（分解）．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL を加え，加温して溶かした後，無水酢酸 80 mL を加え，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.62 mg $C_{10}H_{12}N_4O_3$

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム，成分含量測定用 〔医薬品各条，「カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物」ただし，水分を測定するとき，14.0 ～ 15.0 %，また換算した脱水物に対しカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム（$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$）99.0 % 以上を含むもの〕

カルバミン酸エチル $H_2NCOOC_2H_5$ 白色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉 48 ～ 50 ℃

純度試験 溶状 本品 5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

還元鉄 Fe 鉄粉 を見よ．

緩衝液，セルモロイキン用 pH 6.8 の 0.5 mol/L トリス緩衝液 12.5 mL，ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 10）10 mL，グリセリン 10 mL 及び水 17.5 mL を加えて振り混ぜた後，ブロモフェノールブルー 5 mg を加えて溶かす．

貯法 遮光して，冷所に保存する．

緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液 クエン酸試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ．

緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 フタル酸水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 を見よ．

緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液，緩衝液用 を見よ．

緩衝液用 1 mol/L リン酸一水素カリウム試液 リン酸水素二カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ．

緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 リン酸水素二カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ．

緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 リン酸二水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 を見よ．

25 % 含水過酸化ベンゾイル 過酸化ベンゾイル，25 % 含水 を見よ．

4 % 含水中性アルミナ 中性アルミナ，4 % 含水 を見よ．

乾燥炭酸ナトリウム Na_2CO_3 〔医薬品各条〕

乾燥用塩化カルシウム 塩化カルシウム，乾燥用 を見よ．

乾燥用合成ゼオライト 合成ゼオライト，乾燥用 を見よ．

カンテン 〔K 8263，寒天，特級，又は医薬品各条，「カンテン」又は「カンテン末」ただし，それぞれ乾燥減量は 15 % 以下のもの〕

カンテン斜面培地 試験管に普通カンテン培地約 10 mL ずつを分注し，高圧蒸気滅菌を行った後，培地が固まらないうちに試験管を斜めに静置して固まらせる．凝固水のなくなったものは，再び加温溶解して製する．

カンテン培地，普通 普通カンテン培地 を見よ．

含糖ペプシン 〔医薬品各条〕

***d*−カンファスルホン酸** $C_{10}H_{16}O_4S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．水に極めて溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすい．

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

含量 換算した乾燥物に対し，99.0 % 以上． 定量法 本品約 4 g を精密に量り，水 50 mL を加えて溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 232.3 mg $C_{10}H_{16}O_4S$

カンフル $C_{10}H_{16}O$ 〔医薬品各条，「*d*−カンフル」又は「*dl*−カンフル」〕

希エタノール エタノール，希 を見よ．

希塩化第二鉄試液 塩化鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

希塩化鉄（Ⅲ）試液 塩化鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

希塩酸 塩酸，希 を見よ．

希過酸化水素試液 過酸化水素試液，希 を見よ．

希ギムザ試液 プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉 を見よ．

希五酸化バナジウム試液 酸化バナジウム（V）試液，希 を見よ．

希酢酸 酢酸，希 を見よ．

ギ酸 HCOOH 〔K 8264，ぎ酸，特級，密度 1.21 g/mL 以上〕

ギ酸アンモニウム $HCOONH_4$ 無色の結晶で，水に極めて溶けやすい．

融点〈2.60〉 116 ～ 119 ℃

ギ酸アンモニウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.0 ギ酸アンモニウム 3.5 g を水約 750 mL に溶かし，ギ酸を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

希酸化バナジウム（V）試液 酸化バナジウム（V）試液，希 を見よ．

キサンテン $C_{13}H_{10}O$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末

で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉 98 ～ 102 ℃

水分〈2.48〉 0.5 % 以下（0.15 g）．

キサンテン-9-カルボン酸 $C_{14}H_{10}O_3$ 臭化プロパンテリン 0.25 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かす．この液を沸騰するまで加熱し，更に 2 分間加熱を続ける．60 ℃ に冷却した後，希硫酸 5 mL を加え，冷後，沈殿をろ取し，水でよく洗う．残留物を希エタノールから再結晶した後，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 3 時間乾燥する．

融点〈2.60〉 217 ～ 222 ℃

キサントヒドロール $C_{13}H_{10}O_2$ 白色～微黄色の粉末で，エタノール（95），酢酸（100），クロロホルム又はジエチルエーテルに溶け，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 121 ～ 124 ℃

強熱残分〈2.44〉 2.0 % 以下（0.5 g）．

キサントン $C_{13}H_8O_2$ 淡黄色の粉末で，クロロホルムに溶けやすく，熱湯又はジエチルエーテルに溶けにくい．

融点〈2.60〉 174 ～ 176 ℃

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 10 mL とした液 5 μL につき，「プロパンテリン臭化物」の純度試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない．

ギ酸 *n*-ブチル $HCOO(CH_2)_3CH_3$ 無色の澄明な液で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.884 ～ 0.904

希次酢酸鉛試液 次酢酸鉛試液，希 を見よ．

希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液，噴霧用 L-酒石酸 10 g を水 50 mL に溶かす．これに次硝酸ビスマス試液 5 mL を加える．

基質緩衝液，セルモロイキン用 クエン酸三カリウム一水和物 32.4 g を水に溶かして 1000 mL とし，緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液を加え，pH 5.5 に調整する．この液 100 mL に *o*-フェニレンジアミン 0.44 g を加えて溶かした後，過酸化水素（30）60 μL を加える．用時製する．

基質試液，塩化リゾチーム用 *Micrococcus luteus* の乾燥菌体適量に pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて穏やかに振り混ぜ，混濁した後，波長 640 nm の吸光度が約 0.65 になるように，更に乾燥菌体又は pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加える．用時製する．

基質試液（1），カリジノゲナーゼ測定用 H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩の適量をとり，pH 8.0 の 0.1 mol/L トリス緩衝液に溶かし，その 5 mL 中に H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 1 mg を含む溶液を調製する．

基質試液（2），カリジノゲナーゼ測定用 *N*-*α*-ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩 17.7 mg に pH 8.0 の 0.1 mol/L トリス緩衝液を加えて溶かし，全量を 100 mL とする．

基質試液（3），カリジノゲナーゼ測定用 ハンマーステン法により精製したカゼイン（乳製）0.6 g を 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 80 mL に懸濁し，65 ℃ で 20 分間加温して溶かす．冷後，1 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液で pH を 8.0 に調整し，水を加えて正確に 100 mL とする．用時調製する．

基質試液（4），カリジノゲナーゼ測定用 H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 0.025 g を水 28.8 mL に溶かす．

希 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液，希 を見よ．

希 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

希硝酸 硝酸，希 を見よ．

キシリトール $C_5H_{12}O_5$ 〔医薬品各条〕

キシレノールオレンジ $C_{31}H_{30}N_2Na_2O_{13}S$ 〔K 9563，特級〕

キシレノールオレンジ試液 キシレノールオレンジ 0.1 g を水に溶かし，100 mL とする．

キシレン $C_6H_4(CH_3)_2$ 〔K 8271，1 級〕

***o*-キシレン** $C_6H_4(CH_3)_2$ 無色澄明の液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.501 ～ 1.506

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.875 ～ 0.885

蒸留試験〈2.57〉 143 ～ 146 ℃，95 vol% 以上．

キシレンシアノール FF $C_{25}H_{27}N_2NaO_7S_2$ 〔K 8272，特級〕

キシロース D-キシロース を見よ．

D-キシロース $C_5H_{10}O_5$ 〔食品添加物公定書，D-キシロース〕

希水酸化カリウム・エタノール試液 水酸化カリウム・エタノール試液，希 を見よ．

希水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム試液，希 を見よ．

希チモールブルー試液 チモールブルー試液，希 を見よ．

***n*-吉草酸** $CH_3(CH_2)_3COOH$ 無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがある．エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和し，水にやや溶けやすい．

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.936 ～ 0.942

蒸留試験〈2.57〉 186 ～ 188 ℃，98 vol% 以上．

希鉄・フェノール試液 鉄・フェノール試液，希 を見よ．

キニノーゲン ウシ血漿より精製したキニノーゲン．ただし，本品の適量をとり，pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 10 mL 中にキニノーゲン 1 mg を含む溶液を調製して試料溶液とし，以下の試験を行うとき，それぞれの基準に適合する．

（i） 調製直後の試料溶液 0.5 mL にトリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.1 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離する．上澄液 0.5 mL に pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後，0.1 mL を量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 1.9 mL を加える．この液 0.1 mL を用いて，「カリジノゲナーゼ」の純度試験（2）を準用し，キニン量を測定するとき，キニンは検出されない．

（ii） 試験溶液 0.5 mL を 30±0.5 ℃ で 20 分間加温し，（i）と同様に操作するとき，キニンは検出されない．

（iii） 試料溶液 0.5 mL を用いて，「カリジノゲナーゼ」の純度試験（2）を準用し，試験を行うとき，ブラジキニンの分解を認めない．

（iv） 試料溶液 0.5 mL に，あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5

分間加温した 500 μg の結晶トリプシンを含む pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 0.5 mL を加え，30±0.5 ℃ で 5 分間加温し，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.2 mL を加えて振り混ぜる．3 分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離する．上澄液 0.5 mL に pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後，0.1 mL を量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 0.9 mL を加える．この液 0.1 mL にトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液を加えて 20 mL とし，(ⅰ)と同様に操作して，1 ウェル当たりのキニン量 B_K を測定する．次の式から本品 1 mg のキニン遊離能を求めるとき，キニン遊離能はブラジキニンとして 10 μg/mg 以上である．

本品 1 mg のキニン遊離能（μg ブラジキニン等量/mg）
= $B_K \times 0.0096$

キニノーゲン試液 キニノーゲン適量をとり，pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にブラジキニン 1 μg 以上のキニン遊離能を持つ溶液を調製する．

8-キノリノール C_9H_7NO 〔K 8775，特級〕

キノリン C_9H_7N 〔K 8279，特級〕

キノリン試液 キノリン 50 mL を，あらかじめ加温した薄めた塩酸（1 → 6）360 mL に加えて混和し，冷後，必要ならばろ過する．

希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液，希 を見よ．

希フォリン試液 フォリン試液，希 を見よ．

希ブロモフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー試液，希 を見よ．

希ホルムアルデヒド試液 プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉 を見よ．

ギムザ試液 アズールⅡ-エオシンY 3 g 及びアズールⅡ0.8 g をグリセリン 250 g に加え，60 ℃ に加温して溶かし，冷後，メタノール 250 g を加え，よく混和して製する．24 時間放置した後，ろ過する．密栓して保存する．

アズールⅡ-エオシンY はエオシンY とアズールⅡを結合させたもの．

アズールⅡはメチレンブルーを酸化して製したメチレンアズール（アズールⅠ）とメチレンブルーの等量混合物である．

希メチルレッド試液 メチルレッド試液，希 を見よ．

吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用 を見よ．

吸収スペクトル用ヘキサン ヘキサン，吸収スペクトル用 を見よ．

吸収スペクトル用 *n*-ヘキサン ヘキサン，吸収スペクトル用 を見よ．

強アンモニア水 アンモニア水（28） を見よ．

強塩基性イオン交換樹脂 イオン交換基が強塩基性で，粒子径が 100 μm 程度のもの．

強過酸化水素水 過酸化水素（30） を見よ．

強酢酸第二銅試液 酢酸銅（Ⅱ）試液，強 を見よ．

強酢酸銅（II）試液 酢酸銅（Ⅱ）試液，強 を見よ．

強酸性イオン交換樹脂 イオン交換基が強酸性で，粒子径が 100 μm 程度のもの．

希ヨウ素試液 ヨウ素試液，希 を見よ．

希硫酸 硫酸，希 を見よ．

希硫酸第二鉄アンモニウム試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

[6]-ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{26}O_4$ 黄白色～黄色の液体又は固体である．メタノール，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノール 2 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき，「ショウキョウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

ギンセノシド Rc $C_{53}H_{90}O_{22}\cdot xH_2O$ 白色の結晶性の粉末で，においはない．

純度試験 本品 1 mg を薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「ニンジン」の定量法（2）の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりギンセノシド Rc が溶出し終わるまで試験を行う．試料溶液のギンセノシド Rc 以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない．

ギンセノシド Re $C_{48}H_{82}O_{18}\cdot xH_2O$ 白色の結晶性の粉末で，においはない．

純度試験 本品 1.0 mg を薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「ニンジン」の定量法（1）の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりギンセノシド Re が溶出し終わるまで試験を行う．試料溶液のギンセノシド Re 以外のピークの合計面積は溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない．

ギンセノシド Rg_1，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{72}O_{14}$ 白色の結晶性粉末で，味はわずかに苦い．メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 194 ～ 196.5 ℃

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を加えて溶かした液 20 μL につき，「ニンジン」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

金属ナトリウム ナトリウム を見よ．

キンヒドロン $C_6H_4(OH)_2\cdot C_6H_4O_2$ 緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 169 ～ 172 ℃

グアイフェネシン $C_{10}H_{14}O_4$ 〔医薬品各条〕

グアヤコール $CH_3OC_6H_4OH$ 無色～黄色澄明の液又は無色の結晶で，特異な芳香がある．水にやや溶けにくく，エタノール（95），クロロホルム又はジエチルエーテルに澄明に混和する．融点：約 28 ℃

純度試験 本品 0.5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりグアヤコールの量を求めるとき，99.0 % 以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：グアヤコールの保持時間が 4 ～ 6 分になるように調整する．

検出感度：本品 0.5 μL から得たグアヤコールのピーク高さがフルスケールの約 90 % になるように調整する．

面積測定範囲：グアヤコールの保持時間の約 3 倍の範囲

グアヤコールスルホン酸カリウム $C_7H_7KO_5S$ 〔医薬品各条〕

クエン酸 クエン酸一水和物 を見よ．

クエン酸アンモニウム クエン酸水素二アンモニウム を見よ．

クエン酸アンモニウム鉄（Ⅲ）〔食品添加物公定書，クエン酸鉄アンモニウム〕

クエン酸一水和物 $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ 〔K 8283，特級，又は医薬品各条，「クエン酸水和物」〕

クエン酸・酢酸試液 クエン酸一水和物 1 g に無水酢酸 90 mL 及び酢酸（100）10 mL を加え，振り混ぜて溶かす．

クエン酸三カリウム一水和物 $C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末．水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.44 mg $C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$

クエン酸三ナトリウム二水和物 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ 〔K 8288，特級，又は医薬品各条，「クエン酸ナトリウム水和物」〕

クエン酸試液，0.01 mol/L クエン酸一水和物 2.1 g を水に溶かし，1000 mL とする．

クエン酸試液，1 mol/L，緩衝液用 クエン酸一水和物 210.14 g を水に溶かし，1000 mL とする．

クエン酸水素二アンモニウム $C_5H_{14}N_2O_7$ 〔K 8284，特級〕

クエン酸第二鉄アンモニウム クエン酸アンモニウム鉄（Ⅲ）を見よ．

クエン酸ナトリウム クエン酸三ナトリウム二水和物 を見よ．

クエン酸・無水酢酸試液 クエン酸一水和物 1 g に無水酢酸 50 mL を加え，加熱して溶かす．用時製する．

クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液 クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二カリウム 13.4 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かす．

クペロン $C_6H_9N_3O_2$ 〔K 8289，特級〕

クペロン試液 クペロン 6 g を水に溶かし，100 mL とする．用時製する．

クーマシー染色試液 クーマシーブリリアントブルー R-250 125 mg を水/メタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）100 mL に溶かし，ろ過する．

クーマシーブリリアントブルー G-250 $C_{47}H_{48}N_3NaO_7S_2$ 濃紫色の粉末である．本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）は，波長 608 nm に吸収の極大を示す．

クーマシーブリリアントブルー R-250 $C_{45}H_{44}N_3NaO_7S_2$ 濃青紫色の粉末でにおいはない．

含量 50 % 以上．

グリコール酸 $C_2H_4O_3$ 純度 98.0 % 以上

グリシン H_2NCH_2COOH 〔K 8291，特級〕

グリース・ロメン亜硝酸試薬 1-ナフチルアミン 1 g，スルファニル酸 10 g 及び L-酒石酸 89 g を乳鉢でよくすりつぶして製する．

貯法 遮光した気密容器．

グリース・ロメン硝酸試薬 1-ナフチルアミン 1 g，スルファニル酸 10 g 及び亜鉛粉末 1.5 g を乳鉢でよくすりつぶして製する．

貯法 遮光した気密容器．

クリスタルバイオレット $C_{25}H_{30}ClN_3 \cdot 9H_2O$ 〔K 8294，特級〕

クリスタルバイオレット試液 クリスタルバイオレット 0.1 g を酢酸（100）10 mL に溶かす．

グリセリン $C_3H_8O_3$ 〔K 8295，特級，又は医薬品各条，「濃グリセリン」〕

85 % グリセリン $C_3H_8O_3$ 〔医薬品各条，「グリセリン」〕

グリセリン塩基性試液 グリセリン 200 g に水を加え，235 g とする．この液に水酸化ナトリウム試液 142.5 mL 及び水 47.5 mL を加える．

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{62}O_{16} \cdot nH_2O$ 白色の結晶性の粉末で，特異な甘味がある．熱湯又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：213 ～ 218 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g を希エタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，「カンゾウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

クルクミン $C_{21}H_{20}O_6$ 〔K 8297，特級〕

クルクミン試液 クルクミン 0.125 g を酢酸（100）に溶かし，100 mL とする．用時製する．

グルコースオキシダーゼ *Aspergillus niger* から得たもので，白色の粉末である．水に溶けやすい．本品 1 mg は約 200 単位を含む．ただし，本品の 1 単位はグルコースを基質にして，pH 7.0，25 ℃ において 1 分間に 1 μmol の *d*-グルコノ-*δ*-ラクトンを生成する酵素量とする．

グルコース検出用試液 グルコースオキシダーゼ 1600 単位，4-アミノアンチピリン 0.016 g，ペルオキシダーゼ 145 単位及びパラオキシ安息香酸 0.27 g を pH 7.0 のトリス緩衝液に溶かし，200 mL とする．

グルコース検出用試液，ペニシリウム由来β-ガラクトシダーゼ用 グルコースオキシダーゼ 500 単位以上，ペルオキシダーゼ 50 単位以上，4-アミノアンチピリン 0.01 g 及びフェノール 0.1 g を pH 7.2 リン酸塩緩衝液に溶かし，100 mL とする．

グルコン酸カルシウム，薄層クロマトグラフィー用 〔医薬品各条，「グルコン酸カルシウム水和物」ただし，「グルコン酸カルシウム水和物」の確認試験（1）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めないもの〕

L-グルタミン $H_2NCO(CH_2)_2CH(NH_2)COOH$ 〔K 9103，特級〕

L-グルタミン酸 $HOOC(CH_2)_2CH(NH_2)COOH$ 〔K 9047，特級〕

グルタミン試液 プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉を見よ．

7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン $C_{29}H_{30}N_6O_7$ 白色の粉末で，酢酸（100）に溶けやすく，ジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$（325 nm）：310 ～ 350〔2 mg，薄めた酢酸（100）（1 → 500），200 mL〕．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：−50 ～ −60°〔0.1 g，薄めた酢酸（100）（1 → 2），10 mL，100 mm〕．

純度試験 類縁物質 本品 5 mg を酢酸（100）0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（15：12：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽中に入れ，30 分間放置するとき，R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない．

7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン試液 7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン 5 mg を酢酸（100）0.5 ～ 1 mL に溶かし，凍結乾燥する．これにジメチルスルホキシド 1 mL を加えて溶かし，A 液とする．2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 30.0 g 及び塩化ナトリウム 14.6 g を水 400 mL に溶かし，希塩酸を加えて pH を 8.5 に調整し，水を加えて 500 mL とし，B 液とする．A 液 1 mL 及び B 液 500 mL を用時混和する．

クレゾール $CH_3C_6H_4(OH)$ 〔医薬品各条〕

***m*-クレゾール** $CH_3C_6H_4(OH)$ 〔K 8305，特級〕

クレゾールレッド $C_{21}H_{18}O_5S$ 〔K 8308，特級〕

クレゾールレッド試液 クレゾールレッド 0.1 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

クロキサゾラム $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ 〔医薬品各条〕

クロトリマゾール $C_{22}H_{17}ClN_2$ 〔医薬品各条〕

γ-グロブリン ヒト血清より Cohn の第Ⅱ，Ⅲ分画として得られた血漿たん白質で，白色の結晶性粉末であり，γ-グロブリンは総たん白質の 98 % 以上である．

クロム酸カリウム K_2CrO_4 〔K 8312，特級〕

クロム酸カリウム試液 クロム酸カリウム 10 g を水に溶かし，100 mL とする．

クロム酸銀飽和クロム酸カリウム試液 クロム酸カリウム 5 g を水 50 mL に溶かし，微赤色の沈殿を生じるまで硝酸銀試液を加えた後，ろ過する．ろ液に水を加えて 100 mL とする．

クロム酸・硫酸試液 硫酸に酸化クロム（Ⅵ）を飽和する．

クロモトロープ酸試液 水 30 mL に硫酸 68 mL を注意して加え，冷後，水を加えて 100 mL とした液にクロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 0.05 g を溶かす．遮光して保存する．

クロモトロープ酸試液，濃 クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 0.5 g を硫酸 50 mL に懸濁し，遠心分離した上澄液を用いる．用時製する．

クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 $C_{10}H_6Na_2O_8S_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8316，特級〕遮光して保存する．

クロモトロプ酸 クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 を見よ．

クロモトロプ酸試液 クロモトロープ酸試液 を見よ．

クロモトロプ酸試液，濃 クロモトロープ酸試液，濃 を見よ．

クロラミン トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 を見よ．

クロラミン試液 トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 を見よ．

クロラムフェニコール $C_{11}H_{12}C_{12}N_2O_5$ 〔医薬品各条〕

***p*-クロルアニリン** 4-クロロアニリン を見よ．

***p*-クロル安息香酸** 4-クロロ安息香酸 を見よ．

クロルジアゼポキシド $C_{16}H_{14}ClN_3O$ 〔医薬品各条〕

クロルジアゼポキシド，定量用 $C_{16}H_{14}ClN_3O$ 〔医薬品各条，「クロルジアゼポキシド」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）99.0 % 以上を含むもの〕

***p*-クロルフェノール** 4-クロロフェノール を見よ．

クロルプロパミド，定量用 $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$ 〔医薬品各条，「クロルプロパミド」ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）99.0 % 以上を含むもの〕

***p*-クロルベンゼンスルホンアミド** 4-クロロベンゼンスルホンアミド を見よ．

4-クロロアニリン $H_2NC_6H_4Cl$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすい．

融点〈2.60〉 70 ～ 72 ℃

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

4-クロロ安息香酸 ClC_6H_4COOH 白色の結晶又は粉末である．エタノール（95）にやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 238 ～ 242 ℃

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，中和エタノール 30 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 15.66 mg $C_7H_5ClO_2$

クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{16}H_{18}O_9 \cdot xH_2O$ 白色の粉末で，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．融点：約 205 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグ

ラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/ギ酸混液（6：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

クロロ酢酸　$C_2H_3ClO_2$ 〔K 8899，特級〕

1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン　$C_6H_3(NO_2)_2Cl$ 〔K 8478，特級〕

(2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{19}H_{15}ClO$　クロトリマゾール 5 g に 0.2 mol/L 塩酸試液 300 mL を加え，30 分間煮沸する．冷後，ジエチルエーテル 100 mL で抽出する．ジエチルエーテル抽出液を 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL ずつで 2 回，次いで水 10 mL ずつで 2 回洗う．ジエチルエーテル抽出液に無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液のジエチルエーテルを留去し，残留物にメタノール 200 mL を加え，加温して溶かし，ろ過する．ろ液を加温し，かき混ぜながら水 100 mL を徐々に加える．氷冷後，析出した結晶をろ取し，デシケーター（酸化リン（V））で 24 時間乾燥する．白色の結晶性の粉末である．

ジクロロメタンに極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　92 ～ 95 ℃

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 20 mL とした液 10 μL につき，「クロトリマゾール」の純度試験（7）を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

4-クロロフェノール　ClC_6H_4OH　無色～わずかに赤色の結晶又は結晶の塊で，特異なにおいがある．エタノール (95)，クロロホルム，ジエチルエーテル又はグリセリンに極めて溶けやすく，水にやや溶けにくい．融点：約 43 ℃

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間しばしば振り混ぜた後，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム溶液 (1 → 5) 5 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 3.214 mg C_6H_5ClO

貯法　遮光した気密容器．

クロロブタノール　$C_4H_7Cl_3O$ 〔医薬品各条〕

4-クロロベンゼンジアゾニウム塩試液　4-クロロアニリン 0.5 g を塩酸 1.5 mL 及び水に溶かして 100 mL とする．この液 10 mL に亜硝酸ナトリウム試液 10 mL 及びアセトン 5 mL を加えて混和する．用時製する．

4-クロロベンゼンスルホンアミド　$ClC_6H_4SO_2NH_2$　白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，アセトンに溶ける．

純度試験　類縁物質　本品 0.60 g をとり，アセトンに溶かし，正確に 300 mL とした液 5 μL につき，「クロルプロパミド」の純度試験（5）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

クロロホルム　$CHCl_3$ 〔K 8322，特級〕

クロロホルム，エタノール不含　クロロホルム 20 mL を水 20 mL と 3 分間穏やかによく振り混ぜた後，クロロホルム層を分取する．これを水 20 mL ずつで 2 回洗い，乾燥ろ紙でろ過する．ろ液に無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて 5 分間よく振り混ぜ，2 時間放置した後，乾燥ろ紙でろ過する．用時製する．

ケイソウ土　〔K 8330，けい藻土，1 級〕

ケイタングステン酸二十六水和物　$SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$　白色又はわずかに黄色を帯びた結晶であり，潮解性がある．水又はエタノール（95）に極めて溶けやすい．

強熱減量〈2.43〉　14 ～ 15 %（2 g，110 ℃ で 2 時間乾燥後，700 ～ 750 ℃，恒量）．

溶状　本品の水溶液（1 → 20）は無色澄明である．

ケイ皮酸　$C_9H_8O_2$　白色の結晶性の粉末で，特有のにおいがある．

融点〈2.60〉　132 ～ 135 ℃

(*E*)-ケイ皮酸，成分含量測定用　薄層クロマトグラフィー用 (*E*)-ケイ皮酸．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液の (*E*)-ケイ皮酸以外のピークの合計面積は，標準溶液の (*E*)-ケイ皮酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「苓桂朮甘湯エキス」の定量法（1）試験条件を準用する．

面積測定範囲：(*E*)-ケイ皮酸の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「苓桂朮甘湯エキス」の定量法（1）システム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得た (*E*)-ケイ皮酸のピーク面積が標準溶液 10 μL から得た (*E*)-ケイ皮酸のピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

(*E*)-ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_9H_8O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異な芳香がある．メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　132 ～ 136 ℃

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$ (273 nm)：1307 ～ 1547（5 mg，メタノール，1000 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタ

ノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき，「苓桂朮甘湯エキス」の確認試験（1）を準用し試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

結晶トリプシン　ウシ膵臓製トリプシンに適量のトリクロロ酢酸を加えて沈殿させ，エタノール（95）を用いて再結晶する．白色～黄白色の結晶又は粉末で，においはない．水又は pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液に溶けやすい．

含量　1 mg はトリプシン 45 FIP 単位以上を含む．

定量法　（i）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，その 1 mL 中に 50 FIP 単位を含むように薄め，試料溶液とする．用時調製し，氷冷保存する．

（ii）　装置　反応容器は内径 20 mm，高さ 50 mm のガラス製瓶で，pH 測定用のガラス/銀 − 塩化銀電極，窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする．反応容器を恒温槽に固定する．恒温槽は精密な温度調節器を用い，浴温を 25 ± 0.1 ℃ に保つ．

（iii）　操作法　*N*−*α*−ベンゾイル−L−アルギニンエチル試液 1.0 mL を正確に量り，反応容器に入れ，次に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 9.0 mL を加えて，内容液が試験温度になるまで 10 分間恒温槽に放置した後，窒素を通じてかき混ぜながら，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加して液の pH を 8.00 に調整し，あらかじめ試験温度に保った試料溶液 0.05 mL を加え，直ちにかき混ぜながら反応液の pH を 8.00 に保つように 50 μL のマイクロピペット（最小目盛 1 μL）を用い，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し，pH が 8.00 に達したときの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める．この操作は 8 分間継続して行う．別に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 10 mL をとり，反応容器に入れ，以下同様の操作で空試験を行う．

（iv）　計算法　0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（μL）を反応時間（分）に対しプロットし，直線となる反応時間 t_1 及び t_2 を選び，これに対応する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を v_1 及び v_2 とし，それぞれの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数を M（FIP 単位）とする．

$$M\ (\mu\text{mol NaOH/分}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times f \times \frac{1}{10}$$

f：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

$$\text{本品 1 mL 中の FIP 単位数} = \frac{(M_1 - M_0) \times T}{L \times W}$$

M_1：試料溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

M_0：空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μmol 数

W：本品の秤取量（mg）

L：反応容器に加えた試料溶液の量（mL）

T：本品の秤取量に 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，試料溶液を調製したときの全容量（mL）

ただし，1 FIP 単位とは本定量法に従って操作するとき，1 分間に 1 μmol の *N*−*α*−ベンゾイル−L−アルギニンエチルの分解を触媒する酵素量とする．

貯法　冷所保存．

結晶トリプシン，ウリナスタチン定量用　ウシ膵臓より製した，たん白質分解酵素である．白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはない．水にやや溶けにくい．0.001 mol/L 塩酸試液に溶ける．

含量　本品 1 mg は 3200 トリプシン単位以上を含む．

定量法　（i）試料溶液　本品約 20 mg を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，1 mL 中に約 3000 トリプシン単位を含む液を製する．この液の適量をとり，0.001 mol/L 塩酸試液を加え，1 mL 中約 40 トリプシン単位を含む液を製し，試料溶液とする．

（ii）　希釈液　リン酸二水素カリウム 4.54 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする（I 液）．無水リン酸水素二ナトリウム 4.73 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする（II 液）．II 液 80 mL に I 液の適量を加えて，pH を 7.6 に調整する．

（iii）　基質液　*N*−*α*−ベンゾイル−L−アルギニンエチル塩酸塩 0.0857 g を水に溶かし，正確に 100 mL とし，基質原液とする．基質原液 10 mL を正確に量り，希釈液を加えて正確に 100 mL とし，基質液とする．ただし，基質液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により水を対照として波長 253 nm における吸光度を測定するとき，吸光度は 0.575 ～ 0.585 である．もし，吸光度がこの範囲にない場合は，基質液に希釈液又は基質原液を加えて，この範囲になるように調整する．

（iv）　操作法　あらかじめ 25 ± 0.1 ℃ に保温した基質液 3 mL を正確に量り，層長 1 cm の石英セルに入れ，これに試料溶液 0.2 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，25 ± 0.1 ℃ で紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，5 分間，波長 253 nm における吸光度の変化を測定する．ただし，基質液 3 mL を正確に量り，これに 0.001 mol/L 塩酸試液 0.2 mL を正確に加えた液を対照とする．その吸光度の変化率が少なくとも 3 分間一定である時間範囲の吸光度変化から，1 分間当たりの吸光度の変化量 A を求める．

（v）　計算法　次式により，本品の 1 mg 当たりのトリプシン単位を求める．ただし，1 トリプシン単位とは 1 分間当たり 0.003 の吸光度変化を生じる酵素量である．

$$\text{本品 1 mg 中のトリプシン単位} = \frac{A}{0.003 \times W}$$

W：試料溶液 0.2 mL 中の本品の mg 数

貯法　冷所に保存する．

ゲニポシド，成分含量測定用　薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（240nm）：249 ～ 269（10mg，薄めたメタノール（1 → 2），500 mL）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V））で 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 5 mg を薄めたメタノール（1 → 2）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1） 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゲニポシド以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のゲニポシドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出の確認及び面積測定範囲以外の試験条件は「サンシシ」の成分含量測定法の試験条件を準用する．

検出の確認：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たゲニポシドのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たゲニポシドのピーク高さがフルスケールの約 20 % となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゲニポシドの保持時間の約 3 倍の範囲

ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{24}O_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：159 ～ 163 ℃

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μL につき，「サンシシ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

ケノデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{40}O_4$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，酢酸エチルにやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 119 ℃（酢酸エチル再結晶）．

純度試験　類縁物質　本品 25 mg をとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）に溶かし，正確に 250 mL とした液 10 μL につき，「ウルソデオキシコール酸」の純度試験（7）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品を 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥（酸化リン（V））し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加えて溶かす．次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて滴定〈2.50〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1 mL = 39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

ケロシン　主としてメタン系炭化水素の混合物で，無色澄明の液である．不快でない特異なにおいがある．

比重〈2.56〉　約 0.80

蒸留範囲〈2.57〉　180 ～ 300 ℃

ゲンタマイシン B　$C_{19}H_{38}N_4O_{10}$　白色～微黄白色の粉末である．水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

含量　80.0 % 以上．　定量法　本品適量をとり，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，1 mL 中にゲンタマイシン B 0.1 mg を含む液を調製し，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりゲンタマイシン B の量を求める．

試験条件

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

面積測定範囲：ゲンタマイシン B の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

「イセパマイシン硫酸塩」の定量法のシステム適合性を準用する．

ゲンチオピクロシド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{20}O_9$　白色の粉末で，水又はメタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約 110 ℃（分解）．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，「ゲンチアナ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

抗ウサギ抗体結合ウェル　ヤギ由来抗ウサギ IgG 抗体をポリスチレン製マイクロプレートのウェルに結合させたもの．

抗ウリナスタチンウサギ血清　たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の比活性を示すウリナスタチン液の適量に生理食塩液を加え，その 1 mL 中に約 1 mg のたん白質を含むように調製する．この液 1 mL をとり，フロイント完全アジュバント 1 mL を加えて十分に乳化する．これを 1 回の投与量とし，体重約 2 kg のウサギの皮内に 1 週間の間隔で 4 回投与し，抗体価が 16 倍以上に達したとき，頸動脈より全採血を行う．これを凝固させ，血清を分離して抗ウリナスタチンウサギ血清として，−20 ℃ 以下に保存する．

抗ウロキナーゼ血清　たん白質 1 mg 当たり 140000 単位以上を含む「ウロキナーゼ」を用い，生理食塩液を加えて 1

mL 中にたん白質 1 mg を含むように調製した後，等容量のフロイント完全アジュバンドを加えて乳化する．この液 2 mL を体重 2.5 ～ 3.0 kg の健康なウサギの皮内に 1 週間間隔で 3 回注射する．最終の注射後 7 ～ 10 日目にウサギから採血し，抗血清を得る．

性能試験　カンテン 1.0 g を pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL に加温して溶かし，シャーレに液の深さが約 2 mm になるように入れる．冷後，直径 2.5 mm の 2 個の穴をそれぞれ 6 mm の間隔で 3 組作る．各組の一方の穴に本品 10 μL を入れ，他方の穴に，「ウロキナーゼ」に生理食塩液を加えて 1 mL 中に 30000 単位を含むように調製した液 10 μL，ヒト血清 10 μL 及びヒト尿 10 μL を別々に入れ，一夜静置するとき，本品とウロキナーゼの間に明瞭な沈降線を生じ，本品とヒト血清との間及び本品とヒト尿との間に沈降線を生じない．

抗 A 血液型判定用抗体　血液型判定用抗体の基準に適合するもの．

合成ゼオライト，乾燥用　$6(Na_2O)\cdot 6(Al_2O_3)\cdot 12(SiO_2)$ と $6(K_2O)\cdot 6(Al_2O_3)\cdot 12(SiO_2)$ の混合物で乾燥用として製造したもの．通例，結合剤を加えて直径約 2 mm の球状に成形したものを用いる．白色～灰白色であるが，水分の吸着によって変色する変色料を加えたものもある．平均細孔径は約 0.3 nm，表面積は 1 g につき 500 ～ 700 m^2 である．

強熱減量〈*2.43*〉 2.0 % 以下〔2 g，550 ～ 600 ℃，4 時間，放冷はデシケーター（酸化リン（V））〕．

抗生物質用リン酸塩緩衝液，pH 6.5　リン酸塩緩衝液，pH 6.5，抗生物質用　を見よ．

抗生物質用リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0　リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0，抗生物質用　を見よ．

酵素試液　*Aspergillus oryzae* から得たデンプン糖化力及びリン酸エステルを加水分解する力の強い酵素製品 0.3 g に水 10 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸 0.5 mL を加え，数分間強く振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．用時製する．

抗大腸菌由来たん白質抗体原液　大腸菌由来たん白質原液を免疫原とし，フロイント完全アジュバントを混合し，ウサギに 3 週間の間隔で皮内注射して免疫し，抗血清を得る．この抗血清から硫酸アンモニウム沈殿法により得たもの．

たん白質濃度　本品を pH 7.5 の 0.05 mol/L トリス・塩酸塩緩衝液で希釈し，pH 7.5 の 0.05 mol/L トリス・塩酸塩緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度を測定し，たん白質濃度を求める（吸光度 1.0 = 0.676 mg/mL）．

抗体フラグメント（Fab'）　抗大腸菌由来たん白質抗体を，*Staphylococcus aureus* のプロテイン A をリガンドとするアフィニティー・クロマトグラフィーにより精製し，IgG を分取する．この分画をペプシンを用いて消化し，ゲルろ過クロマトグラフィーにより，Fc フラグメント及びペプシンを除いた後，プロテイン A をリガンドとするアフィニティー・クロマトグラフィーにより，未消化の IgG を除き，$F(ab')_2$ フラグメントとする．これを，2–メルカプトエチルアミンで還元したもの．

抗 B 血液型判定用抗体　血液型判定用抗体の基準に適合するもの．

抗ブラジキニン抗体　本品はブラジキニンでウサギを免疫して得た抗血清より調製した抗体を 1 mg/mL ウシ血清アルブミンを含む pH 7.0 の 0.04 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かした無色～淡褐色澄明の液である．

性能試験　本品の適量をとり，1 mg/mL ウシ血清アルブミンを含む pH 7.0 の 0.04 mol/L リン酸塩緩衝液に加えて 1 vol% 溶液を調製する．この液 0.1 mL につき，「カリジノゲナーゼ」の純度試験（2）を準用し，標準溶液（1）及び標準溶液（7）の波長 490 ～ 492 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき，$A_2 - A_1$ は 1 以上である．

抗ブラジキニン抗体試液　抗ブラジキニン抗体 0.15 mL，ウシ血清アルブミン 15 mg，リン酸二水素ナトリウム二水和物 2.97 mg，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 13.5 mg 及び塩化ナトリウム 13.5 mg に水を加えて 15 mL とした溶液の凍結乾燥品に，水 15 mL を加えて溶かす．用時製する．

酵母エキス　適当な条件下で酵母（*Saccharomyces*）の産出物のペプトンようの総水溶性物質を澄明液とし，蒸発乾燥し，粉末としたもので，本品 1 g は原料酵母 7.5 g 以上から得たものである．帯赤黄色～褐色の粉末で腐敗臭のない特異なにおいがある．水に溶けて黄色～褐色の弱酸性の液となる．本品には特別に炭水化物を加えない．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉 5 % 以下（NaCl として）．

（2）　凝固性たん白質　本品の水溶液（1 → 20）を沸騰するまで加熱するとき，沈殿を生じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5 % 以下（105 ℃，恒量）．

強熱残分〈*2.44*〉 15 % 以下（0.5 g）．

窒素含量〈*1.08*〉 7.2 ～ 9.5 %（105 ℃，恒量，乾燥後）．

五酸化バナジウム　酸化バナジウム（V）　を見よ．

五酸化バナジウム試液　酸化バナジウム（V）試液　を見よ．

五酸化バナジウム試液，希　酸化バナジウム（V）試液，希　を見よ．

五酸化リン　酸化リン（V）　を見よ．

固相化プレート　抗大腸菌由来たん白質抗体原液に pH 7.4 の 0.2 mol/L トリス・塩酸塩緩衝液を加えて薄め，約 0.02 mg/mL の濃度とする．この溶液 0.1 mL ずつを正確に量り，マイクロプレートの各ウェルに加え，プレートシールで覆い，穏やかにかき混ぜる．もし，マイクロプレートの上部等に溶液が付着している場合は 2 分間遠心分離する．ウシ血清アルブミン 0.5 g を pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かし，洗浄溶液とする．先のマイクロプレートを 25 ℃ 付近の一定温度で 16 ～ 24 時間静置した後，各ウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液 0.25 mL を加え，穏やかにかき混ぜた後，この液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．各ウェルにブロック緩衝液 0.25 mL を加え，穏やかにかき混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 16 ～ 24 時間静置し，固相化プレートとする．使用時，各ウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液 0.25 mL を加え，穏やかにかき混ぜた後，この液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

コハク酸トコフェロール $C_{33}H_{54}O_5$ コハク酸トコフェロールカルシウム 0.5 g を酢酸（100）5 mL で潤した後，トルエン 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 70 ℃ で 30 分加温する．冷後，水 30 mL を加え，よく振り混ぜて放置する．水層を除き，トルエン層を洗液が中性になるまで 30 mL ずつで数回洗った後，放置する．トルエン抽出液に無水硫酸ナトリウム 3 g を加え振り混ぜた後，傾斜してトルエン層をとり，トルエンを減圧で留去し，淡黄色の粘稠性のある液を得る．室温で長期に保存するとき，わずかに黄色を帯びた固体となる．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（286nm）：38.0 ～ 42.0（10 mg，クロロホルム，100 mL）．

コハク酸トコフェロールカルシウム $C_{66}H_{106}CaO_{10}$ 〔医薬品各条，「トコフェロールコハク酸エステルカルシウム」〕

コバルチ亜硝酸ナトリウム ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム を見よ．

コバルチ亜硝酸ナトリウム試液 ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム試液 を見よ．

ゴマ油 〔医薬品各条〕

コール酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{40}O_5$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．酢酸（100）にやや溶けやすく，アセトン又はエタノール（95）にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．融点：約 198 ℃

純度試験 類縁物質 本品 25 mg をとり，アセトンに溶かし，正確に 250 mL とした液 10 μL につき，「ウルソデオキシコール酸」の純度試験（7）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.1 の主スポット以外のスポットを認めない．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品を 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥（酸化リン（Ⅴ））し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL に溶かす．フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.86 mg $C_{24}H_{40}O_5$

コレステロール $C_{27}H_{45}OH$ 〔医薬品各条〕

コロジオン 本品は，無色澄明の粘性のある液で，ジエチルエーテルようのにおいがある．

pH〈2.54〉 5.0 ～ 8.0.

本品 5 g を加温しながらかき混ぜ，これに水 10 mL を徐々に加える．蒸発乾固した後，110 ℃ で乾燥するとき，その残分は 0.250 ～ 0.275 g である．

コンゴーレッド $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ 〔K 8352，特級〕

コンゴーレッド試液 コンゴーレッド 0.5 g を水/エタノール（95）混液（9：1）100 mL に溶かす．

サイコサポニン a，成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン a．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験 類縁物質

（1） 本品 2.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき，「サイコ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

（2） 本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のサイコサポニン a 以外のピークの合計面積は，標準溶液のサイコサポニン a のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラムは「サイコ」の成分含量測定法の試験条件を準用する．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル（13：7）混液

流量：サイコサポニン a の保持時間が約 16 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサイコサポニン a の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たサイコサポニン a のピーク面積が，標準溶液のサイコサポニン a のピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：本品及び成分含量測定用サイコサポニン b_2 6 mg ずつをメタノールに溶かして 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニン a，サイコサポニン b_2 の順に溶出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる．

システムの再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，サイコサポニン a の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

サイコサポニン a，薄層クロマトグラフィー用 白色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：225 ～ 232 ℃（分解）．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（206 nm）：60 ～ 68（15 mg，メタノール，200 mL）．ただし，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき，「サイコ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

サイコサポニン b_2，成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2．ただし，次の試験に適合するもの．

純度試験 類縁物質 本品 5 mg を移動相 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液

及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のサイコサポニン b_2 以外のピークの合計面積は，標準溶液のサイコサポニン b_2 のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「柴苓湯エキス」の定量法（1）の試験条件を準用する．

面積測定範囲：サイコサポニン b_2 の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「柴苓湯エキス」の定量法（1）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たサイコサポニン b_2 のピーク面積が標準溶液 10 μL から得たサイコサポニン b_2 のピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

サイコサポニン b₂，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{68}O_{13}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール（99.5）に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約 240 ℃

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（252 nm）：352 ～ 424（5 mg，メタノール，100 mL）．ただし，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 2 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき，「柴苓湯エキス」の確認試験（1）を準用し試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

サイコサポニン d，成分含量測定用 白色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約 240 ℃

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（206 nm）：63 ～ 71（15 mg，メタノール，200 mL）．ただし，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質

（1） 本品 2.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき，「サイコ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

（2） 本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のサイコサポニン d 以外のピークの合計面積は，標準溶液のサイコサポニン d のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラムは「サイコ」の成分含量測定法の試験条件を準用する．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（11：9）

流量：サイコサポニン d の保持時間が約 13 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサイコサポニン d の保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たサイコサポニン d のピーク面積が，標準溶液のサイコサポニン d のピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：本品及び成分含量測定用サイコサポニン a 6 mg ずつをメタノールに溶かして 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニン a，サイコサポニン d の順に溶出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる．

システムの再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，サイコサポニン d の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液，サイコ成分含量測定用 を見よ．

細胞懸濁液，テセロイキン用 2 ～ 4 日間静置培養した NK-7 細胞の培養液を，1000 rpm で 5 分間遠心分離する．上澄液を吸引除去した後，テセロイキン用力価測定用培地を加えて 2 ～ 4×10^5 cells/mL に細胞濃度を調整する．

酢酸 酢酸（31） を見よ．

酢酸（31） 酢酸（100）31.0 g に水を加えて 100 mL とする（5 mol/L）．

酢酸（100） CH_3COOH 〔K 8355，酢酸，特級〕

酢酸，希 酢酸（100）6 g に水を加えて 100 mL とする（1 mol/L）．

酢酸，非水滴定用 〔K 8355，特級，ただし，次の試験に適合するもの〕

純度試験 無水酢酸 アニリン 1.0 g に本品を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 25 mL を正確に量り，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉し，その消費量を A（mL）とする．ただし，A は 26 mL 以上である．次に，試料溶液 25 mL を正確に量り，本品 75 mL を加えた後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉し，その消費量を B（mL）とする（電位差滴定法）．A − B は 0.1（mL）以下である（0.001 g/dL 以下）．

酢酸，氷 酢酸（100） を見よ．

酢酸亜鉛 酢酸亜鉛二水和物 を見よ．

酢酸亜鉛緩衝液，0.25 mol/L，pH 6.4 酢酸亜鉛二水和物 54.9 g を酢酸（100）150 mL 及び水 600 mL に溶かし，アンモニア水（28）150 mL を加え，ゆるやかにかき混ぜた後，室温まで冷やす．アンモニア水（28）を加え，pH 6.4

に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸亜鉛二水和物 $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8356，特級〕

酢酸アンモニウム CH_3COONH_4 〔K 8359，特級〕

酢酸アンモニウム試液 酢酸アンモニウム 10 g を水に溶かし，100 mL とする．

酢酸アンモニウム試液，0.5 mol/L 酢酸アンモニウム 38.5 g を水に溶かし，1000 mL とする．

酢酸イソアミル 酢酸 3-メチルブチル を見よ．

酢酸ウラニル 酢酸ウラニル二水和物 を見よ．

酢酸ウラニル・亜鉛試液 酢酸ウラニル二水和物 10 g に酢酸（31）5 mL 及び水 50 mL を加え，加熱して溶かす．別に酢酸亜鉛二水和物 30 g に酢酸（31）3 mL 及び水 30 mL を加え，加熱して溶かす．温時，これらの液を混和し，冷後，ろ過する．

酢酸ウラニル試液 酢酸ウラニル二水和物 1 g を水に溶かし，20 mL とし，必要ならばろ過する．

酢酸ウラニル二水和物 $UO_2(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8360：1961，特級〕

酢酸エチル $CH_3COOC_2H_5$ 〔K 8361，特級〕

酢酸塩緩衝液，0.01 mol/L，pH 5.0 酢酸アンモニウム 385 mg を水 900 mL に溶かし，酢酸（31）を加えて pH 5.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸塩緩衝液，pH 3.5 酢酸アンモニウム 50 g を 6 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かし，必要ならば，アンモニア試液又は 6 mol/L 塩酸試液を用いて pH 3.5 に調整し，水を加えて 200 mL とする．

酢酸塩緩衝液，pH 4.5 酢酸（100）90 mL 及び無水酢酸ナトリウム 63 g を水に溶かし，1000 mL とする．

酢酸塩緩衝液，pH 5.4 酢酸（100）5.78 mL に水を加えて 1000 mL とした液 176 mL に，無水酢酸ナトリウム 8.2 g に水を加えて 1000 mL とした液 824 mL を加える．必要ならば，更にいずれかの液を加え，pH 5.4 に調整する．

酢酸塩緩衝液，pH 5.5 酢酸ナトリウム三水和物 2.72 g を水に溶かして 1000 mL とし，薄めた酢酸（100）（3 → 2500）を加えて pH 5.5 に調整する．

酢酸カドミウム 酢酸カドミウム二水和物 を見よ．

酢酸カドミウム二水和物 $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8362，特級〕

酢酸カリウム CH_3COOK 〔K 8363，特級〕

酢酸カリウム試液 酢酸カリウム 10 g を水に溶かし，100 mL とする（1 mol/L）．

酢酸コルチゾン $C_{23}H_{30}O_6$ 〔医薬品各条，「コルチゾン酢酸エステル」〕

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 3.0 酢酸アンモニウム試液に酢酸（31）を加えて pH を 3.0 に調整する．

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 4.5 酢酸アンモニウム 77 g を水 200 mL に溶かし，これに酢酸（100）を加えて pH 4.5 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 4.8 酢酸アンモニウム 77 g を水約 200 mL に溶かし，酢酸（100）57 mL を加え，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸カリウム緩衝液，pH 4.3 酢酸カリウム 14 g に酢酸（100）20.5 mL 及び水を加えて溶かし，1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.0 酢酸（100）3.0 g に水を加えて，1000 mL とした液に，酢酸ナトリウム三水和物 3.4 g を水に溶かして 500 mL とした液を加え，pH 4.0 に調整する．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.6 酢酸ナトリウム三水和物 6.6 g を水 900 mL に溶かし，酢酸 3 mL を加えた後，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.1 mol/L，pH 4.0 酢酸ナトリウム三水和物 13.61 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（100）を用いて pH 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，1 mol/L，pH 5.0 酢酸ナトリウム試液に希酢酸を加えて，pH 5.0 に調整する．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.0 酢酸ナトリウム三水和物 5.44 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を滴加し，pH を 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5 酢酸ナトリウム試液 80 mL に希酢酸 120 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5，鉄試験用 酢酸（100）75.4 mL 及び酢酸ナトリウム三水和物 111 g を水に溶かし，1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.7 酢酸ナトリウム三水和物 27.2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を滴加し，pH を 4.7 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 5.0 酢酸ナトリウム試液 140 mL に希酢酸 60 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 5.5 酢酸ナトリウム三水和物 20 g を水 80 mL に溶かし，酢酸（100）を滴加し，pH を 5.5 に調整した後，水を加えて 100 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 5.6 酢酸ナトリウム三水和物 12 g に酢酸（100）0.66 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム試液 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 17 mL に希酢酸 40 mL 及び水を加えて 100 mL とする．

酢酸・酢酸ナトリウム試液，0.02 mol/L 酢酸ナトリウム三水和物 2.74 g を水に溶かし，酢酸（100）2 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

酢酸試液，0.25 mol/L 酢酸（100）3 g に水を加えて 200 mL とする．

酢酸試液，6 mol/L 酢酸（100）36 g に水を加えて 100 mL とする．

酢酸水銀（II） $Hg(CH_3COO)_2$ 〔K 8369，特級〕

酢酸水銀（II）試液，非水滴定用 酢酸水銀（II）5 g を非水滴定用酢酸に溶かし，100 mL とする．

酢酸セミカルバジド試液 塩酸セミカルバジド 2.5 g，無水酢酸ナトリウム 2.5 g 及びメタノール 30 mL をフラスコに入れ，水浴上で 2 時間加熱した後，20 ℃ に冷却し，ろ過する．ろ液にメタノールを加えて 100 mL とする．この液は冷所に保存する．液が黄色を呈したときは用いない．

酢酸第二水銀 酢酸水銀（II） を見よ．

酢酸第二水銀試液，非水滴定用 酢酸水銀（II）試液，非水滴定用 を見よ．

酢酸第二銅 酢酸銅（II）一水和物 を見よ．

酢酸第二銅試液，強 酢酸銅（II）試液，強 を見よ．

酢酸銅（Ⅱ）一水和物 $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ 〔K 8370，特級〕

酢酸銅（Ⅱ）試液，強 酢酸銅（Ⅱ）一水和物 13.3 g を水 195 mL 及び酢酸（31）5 mL の混液に溶かす．

酢酸トコフェロール $C_{31}H_{52}O_3$ 〔医薬品各条，「トコフェロール酢酸エステル」〕

酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム三水和物 を見よ．

酢酸ナトリウム，無水 CH_3COONa 〔K 8372，酢酸ナトリウム，特級〕

酢酸ナトリウム・アセトン試液 酢酸ナトリウム三水和物 8.15 g 及び塩化ナトリウム 42 g を水 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸 68 mL，アセトン 150 mL 及び水を加えて 500 mL とする．

酢酸ナトリウム三水和物 $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ 〔K 8371，特級〕

酢酸ナトリウム試液 酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を水に溶かし，100 mL とする（1 mol/L）．

酢酸鉛 酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 を見よ．

酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ 〔K 8374，特級〕

酢酸鉛試液 酢酸鉛（Ⅱ）試液 を見よ．

酢酸鉛（Ⅱ）試液 酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 9.5 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，100 mL とする（0.25 mol/L）．

貯法 密栓して保存する．

酢酸ヒドロキソコバラミン $C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$ 暗赤色の結晶又は粉末である．

乾燥減量〈*2.41*〉 12 % 以下（50 mg，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），100 ℃，6 時間）．

含量 98.0 % 以上． 定量法 「ヒドロキソコバラミン酢酸塩」の定量法を準用する．

酢酸ヒドロコルチゾン $C_{23}H_{32}O_6$ 〔医薬品各条，「ヒドロコルチゾン酢酸エステル」〕

酢酸ビニル $C_4H_6O_2$ 無色澄明の液体である．

比重〈*2.56*〉 0.932 ～ 0.936

水分〈*2.48*〉 0.2 % 以下．

酢酸 *n*–ブチル $CH_3COOCH_2CH_2CH_2CH_3$ 〔K 8377，酢酸ブチル，特級〕

酢酸プレドニゾロン $C_{23}H_{30}O_6$ 〔医薬品各条，「プレドニゾロン酢酸エステル」〕

酢酸 3–メチルブチル $CH_3COOCH_2CH_2CH(CH_3)_2$ 〔K 8358，特級〕

酢酸リチウム二水和物 $CH_3COOLi \cdot 2H_2O$ 無色の結晶である．

希酢酸不溶物 0.0025 % 以下．本品 40.0 g に水 45 mL を加え，水浴中で加熱溶解し，冷後，希酢酸に溶かし，吸引ろ過する．ろ過器を水で洗浄後，105±2 ℃ で 1 時間乾燥し，冷後，残分の質量を量る．

含量 97.0 % 以上． 定量法 本品 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL と無水酢酸 5 mL を正確に加え水浴中で加熱溶解し，冷後 0.1 mol/L 過塩素酸で，滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

＝10.20 mg $CH_3COOLi \cdot 2H_2O$

酢酸・硫酸試液 酢酸（100）5 mL に硫酸 5 mL を氷冷しながら注意して加え，混和する．

サラシ粉 〔医薬品各条〕

サラシ粉試液 サラシ粉 1 g に水 9 mL を加えてすり混ぜた後，ろ過する．用時製する．

サリチルアミド $C_7H_7NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．*N*,*N*–ジメチルホルムアミドに溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，プロピレングリコールにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はクロロホルムに溶けにくい．水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点〈*2.60*〉 139 ～ 143 ℃

純度試験 アンモニウム〈*1.02*〉 本品 1.0 g に水 40 mL を加えて振り混ぜた後，あらかじめ水でよく洗ったろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 20 mL をネスラー管にとり，水を加えて 30 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 2.5 mL をネスラー管にとり，水を加えて 30 mL とする．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

含量 98.5 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*–ジメチルホルムアミド 70 mL に水 15 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL

＝ 13.71 mg $C_7H_7NO_2$

サリチルアルダジン $C_{14}H_{12}N_2O_2$ 硫酸ヒドラジニウム 0.30 g を水 5 mL に溶かす．この液に酢酸（100）1 mL 及び新たに製したサリチルアルデヒドの 2–プロパノール溶液（1 → 5）2 mL を加え，よく振り混ぜて黄色の沈殿を生じるまで放置する．これをジクロロメタン 15 mL ずつで 2 回抽出し，全ジクロロメタン抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜた後，傾斜又はろ過し，上澄液又はろ液のジクロロメタンを留去する．残留物を加温したトルエン/メタノール混液（3：2）に溶かして，冷却する．析出した結晶をろ取した後，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥する．本品は黄色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉 213 ～ 219 ℃

純度試験 本品 0.09 g をとり，トルエンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，トルエンを加えて正確に 100 mL とした液につき「ポビドン」の純度試験（6）を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

サリチルアルデヒド HOC_6H_4CHO 〔K 8390，特級〕

サリチル酸 HOC_6H_4COOH 〔K 8392，特級〕

サリチル酸，定量用 HOC_6H_4COOH 〔K 8392，サリチル酸，特級〕

サリチル酸イソブチル $C_{11}H_{14}O_3$ 無色澄明の液で，特異なに

おいがある．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.506 ～ 1.511

比重〈2.56〉 d_4^{20}：1.068 ～ 1.073

沸点〈2.57〉 260 ～ 262 ℃

純度試験 本品 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりサリチル酸イソブチルの量を求めるとき，97.0 % 以上である．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m の管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被履したものを充てんする．

カラム温度：220 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約 20 mL

検出感度：本品 1 μL から得たサリチル酸イソブチルのピーク高さがフルスケールの 60 ～ 80 % になるように調整する．

面積測定範囲：サリチル酸イソブチルの保持時間の約 3 倍の範囲

サリチル酸試液 サリチル酸 0.1 g を硫酸 10 mL に溶かす．用時製する．

サリチル酸鉄試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 0.1 g を薄めた硫酸（1 → 250）50 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 20 mL を量り，サリチル酸ナトリウム溶液（23 → 2000）10 mL，希酢酸 4 mL，酢酸ナトリウム試液 16 mL 及び水を加えて 100 mL とする．用時製する．

サリチル酸ナトリウム HOC_6H_4COONa 〔K 8397，特級〕

サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 サリチル酸ナトリウム 1 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液に溶かし，100 mL とする．

サリチル酸メチル $C_8H_8O_3$ 〔医薬品各条〕

ザルトプロフェン $C_{17}H_{14}O_3S$ 〔医薬品各条〕

ザルトプロフェン，定量用 $C_{17}H_{14}O_3S$ 〔医薬品各条，「ザルトプロフェン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）99.5 % 以上を含むもの〕

三塩化アンチモン 塩化アンチモン（Ⅲ） を見よ．

三塩化アンチモン試液 塩化アンチモン（Ⅲ）試液 を見よ．

三塩化チタン 塩化チタン（Ⅲ） を見よ．

三塩化チタン試液 塩化チタン（Ⅲ）試液 を見よ．

三塩化チタン・硫酸試液 塩化チタン（Ⅲ）・硫酸試液 を見よ．

三塩化ヨウ素 ICl_3 〔K 8403，三塩化よう素，特級〕

酸化アルミニウム Al_2O_3 白色の結晶，結晶性の粉末又は粉末である．沸点：約 3000 ℃ 融点：約 2000 ℃

酸化カルシウム CaO 〔K 8410，特級〕

酸化クロム（Ⅵ） CrO_3 暗い赤紫色の細い針状・りょう柱状の結晶又は軽質の塊である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 50）5 mL に，酢酸鉛（Ⅱ）試液 0.2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，この一部に酢酸を追加しても沈殿は溶けない．

酸化クロム（Ⅵ）試液 酸化クロム（Ⅵ）3 g を水に溶かし，100 mL とする．

酸化チタン（Ⅳ） TiO_2 〔K 8703，特級〕

酸化チタン（Ⅳ）試液 酸化チタン(Ⅳ)0.1 g に硫酸 100 mL を加え，時々ゆるく振り混ぜながら直火で徐々に加熱して溶かす．

酸化鉛（Ⅱ） PbO 〔K 8090，特級〕

酸化鉛（Ⅳ） PbO_2 暗褐色～黒褐色の粉末又は粒である．

確認試験 本品の希酢酸溶液（1 → 100）の上澄液は，鉛塩の定性反応（3）〈1.09〉を呈する．

酸化バナジウム（Ⅴ） V_2O_5 帯だいだい黄色～黄褐色の粉末である．

確認試験 本品 0.3 g をアンモニア試液 10 mL 及び水 15 mL に溶かす．この液 2 mL に水 20 mL を加えて混和した後，静かに硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

酸化バナジウム（Ⅴ）試液 リン酸に酸化バナジウム（Ⅴ）を加え，2 時間激しく振り混ぜて酸化バナジウム（Ⅴ）を飽和させた後，ガラスろ過器を用いてろ過する．

酸化バナジウム（Ⅴ）試液，希 酸化バナジウム（Ⅴ）試液 10 mL に水を加えて 100 mL とする．用時製する．

酸化バリウム BaO 白色～黄白色若しくは灰白色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水 15 mL 及び塩酸 5 mL を加えて溶かし，希硫酸 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品につき，炎色反応試験（1）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

酸化マグネシウム MgO 〔K 8432，特級〕

酸化メシチル $CH_3COCH=C(CH_3)_2$

性状 本品は無色～微黄色澄明の液体で，特異なにおいがある．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.850 ～ 0.860

酸化モリブデン（Ⅲ） MoO_3 白色～帯黄緑色の粉末である．

確認試験 本品 0.5 g をアンモニア水（28）5 mL に溶かす．この液 1 mL をとり，硝酸を適量加えて酸性とした後，リン酸ナトリウム試液 5 mL を加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．

酸化モリブデン（Ⅲ）・クエン酸試液 酸化モリブデン（Ⅲ）54 g 及び水酸化ナリトウム 11 g に水 200 mL を加え，かき混ぜながら加熱して溶かす．別にクエン酸一水和物 60 g を水 250 mL に溶かし，塩酸 140 mL を加える．両液を混和し，必要ならばろ過し，水を加えて 1000 mL とし，黄緑色を呈するまで臭素酸カリウム溶液（1 → 100）を加える．

貯法 密栓し，遮光して保存する．

酸化ランタン（Ⅲ） La_2O_3 白色の結晶である．

強熱減量〈2.43〉 0.5 % 以下（1 g，1000 ℃，1 時間）．

酸化リン（Ⅴ） P_2O_5 〔K 8342，酸化りん（Ⅴ），特級〕

三酸化クロム 酸化クロム（Ⅵ） を見よ．

三酸化クロム試液 酸化クロム（Ⅵ）試液 を見よ．

三酸化ナトリウムビスマス $NaBiO_3$ 〔K 8770，特級〕

三酸化二ヒ素 As_2O_3 〔K 8044，三酸化二ひ素，特級〕

三酸化二ヒ素試液 三酸化二ヒ素 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 40）30 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，酢酸（100）を徐々に加えて 100 mL とする．

三酸化ヒ素 三酸化二ヒ素 を見よ．

三酸化ヒ素試液 三酸化二ヒ素試液 を見よ．

三酸化モリブデン 酸化モリブデン（Ⅲ） を見よ．

三酸化モリブデン・クエン酸試液 酸化モリブデン（Ⅲ）・クエン酸試液 を見よ．

参照抗インターロイキン-2 抗血清試液 1 mL 中に約 800 単位を含むようにセルモロイキン用培養液で調製したセルモロイキン（遺伝子組換え）溶液を，等容量で中和するようにセルモロイキン用培養液で調製したインターロイキン-2 抗血清試液．

参照抗インターロイキン-2 抗体，テセロイキン用 テセロイキンで感作したマウス脾細胞と，マウス・ミエローマ細胞との融合細胞株により得られたモノクローナル抗体，又はヒト・インターロイキン-2 に対するウサギ抗血清を，アフィニティー・クロマトグラフィーにより精製したもの．テセロイキンの活性 1 単位を中和する力価を 1 中和単位として中和活性を求めるとき，1 mL 中 2000 中和単位以上を含むもの．

酸処理ゼラチン ゼラチン，酸処理 を見よ．

酸性塩化カリウム試液 塩化カリウム試液，酸性 を見よ．

酸性塩化スズ（Ⅱ）試液 塩化スズ（Ⅱ）試液，酸性 を見よ．

酸性塩化第一スズ試液 塩化スズ（Ⅱ）試液，酸性 を見よ．

酸性塩化第二鉄試液 塩化鉄（Ⅲ）試液，酸性 を見よ．

酸性塩化鉄（Ⅲ）試液 塩化鉄（Ⅲ）試液，酸性 を見よ．

酸性過マンガン酸カリウム試液 過マンガン酸カリウム試液，酸性 を見よ．

酸性白土 天然の含水ケイ酸アルミニウムで，灰白色の粒度約 75 μm の粉末である．

乾燥減量〈2.41〉 10 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

水分吸着能 2.5 % 以上．本品約 10 g をはかり瓶に精密に量り，ふたを除いて比重 1.19 の硫酸で湿度を 80 % とした容器内に 24 時間入れた後，質量を量り，試料に対する増量を求める．

酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，酸性 を見よ．

酸素 O_2 〔K 1101〕

サントニン $C_{15}H_{18}O_3$ 〔医薬品各条〕

サントニン，定量用 $C_{15}H_{18}O_3$ 〔医薬品各条，「サントニン」ただし，定量するとき，サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$）99.0 % 以上を含むもの〕

三ナトリウム五シアノアミン第一鉄試液 三ナトリウム五シアノアミン鉄（Ⅱ）試液 を見よ．

三ナトリウム五シアノアミン鉄（Ⅱ）試液 ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物 1.0 g にアンモニア試液 3.2 mL を加えて振り混ぜた後，密栓し，一夜冷蔵庫に保存する．この溶液をエタノール（99.5）10 mL 中に加え，生じた黄色の沈殿を吸引ろ過して集め，無水ジエチルエーテルで洗い，乾燥した後，デシケーター中に保存する．用時水に溶かし，1.0 mg/mL の溶液とし，冷蔵庫に保存する．調製後 7 日以内に用いる．

3 倍濃厚乳糖ブイヨン 乳糖ブイヨン，3 倍濃厚 を見よ．

三フッ化ホウ素 BF_3 無色の気体で，刺激臭がある．

融点〈2.60〉 −127.1 ℃

沸点〈2.57〉 −100.3 ℃

三フッ化ホウ素・メタノール試液 三フッ化ホウ素（BF_3：67.81）を 14 g/dL 含むメタノール溶液である．

酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 メチルレッド試液，酸又はアルカリ試験用 を見よ．

次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム（NaClO：74.44）が 5 % 含量となるように，水酸化ナトリウムの水溶液に氷冷しながら塩素を通じて製する．用時製する．

次亜塩素酸ナトリウム試液，アンモニウム試験用 水酸化ナトリウム又は炭酸ナトリウム十水和物の水溶液に塩素を吸収させた無色～淡緑黄色澄明の液で，塩素のにおいがある．

含量 次亜塩素酸ナトリウム（NaClO：74.44）として 4.2 g/dL 以上． 定量法 本品 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に共栓フラスコにとり，水 90 mL を加えた後，ヨウ化カリウム 2 g 及び薄めた酢酸（31）（1 → 2）6 mL を加え，密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L チオ流酸ナトリウム液 1 mL
= 3.722 mg NaClO

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム（NaClO：74.44）1.05 g に対応する容量のアンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液に水酸化ナトリウム 15 g 及び水を加えて溶かし，1000 mL とする．用時製する．

次亜臭素酸ナトリウム試液 臭素試液 8 mL に水 25 mL 及び炭酸ナトリウム試液 25 mL を加える．用時製する．

ジアセチル $CH_3COCOCH_3$ 黄色～黄緑色の澄明な液で，強い刺激性のにおいがある．エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和し，水に溶けやすい．

凝固点〈2.42〉 −2.0 ～ −5.5 ℃

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.390 ～ 1.398

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.98 ～ 1.00

沸点〈2.57〉 85 ～ 91 ℃

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

含量 95.0 % 以上． 定量法 本品約 0.4 g を精密に量り，ヒドロキシルアミン試液 75 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 1 時間加熱する．冷後，過量のヒドロキシルアミンを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 21.52 mg $C_4H_6O_2$

ジアセチル試液 ジアセチル 1 mL を水に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とする．用時製する．

ジアゾ化滴定用スルファニルアミド スルファニルアミド，ジアゾ化滴定用 を見よ．

ジアゾ試液 スルファニル酸 0.9 g を正確に量り，塩酸 0.9 mL 及び水 20 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，ろ過し，ろ液に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1.5 mL を正確にとり，氷冷した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）1 mL を正確にとり，振り混ぜながら徐々に滴加する．10 分間氷冷した後，更に冷水を加えて正確に 50 mL とする．冷所に保存し，調製後 8 時間以内に使用する．

ジアゾベンゼンスルホン酸試液 105 ℃ で 3 時間乾燥したスルファニル酸 0.9 g に希塩酸 10 mL を加え，加熱して溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 3.0 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2.5 mL を加え，氷冷しながら 5 分間放置後，亜硝酸ナトリウム試液 5 mL 及び水を加えて 100 mL とし，氷水中で 15 分間放置する．用時製する．

ジアゾベンゼンスルホン酸試液，濃 105 ℃ で 3 時間乾燥したスルファニル酸 0.2 g に 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷冷し，絶えずかき混ぜながら亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 25）2.2 mL を滴加する．氷水中で 10 分間放置した後，スルファミン酸溶液（1 → 20）1 mL を加える．用時製する．

1-シアノグアニジン $NH_2C(NH)NHCN$ 白色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

融点〈*2.60*〉 209 ～ 212 ℃

乾燥減量〈*2.41*〉 0.1 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

窒素含量〈*1.08*〉 66.0 ～ 67.3 %（乾燥後）．

シアノコバラミン $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ 〔医薬品各条〕

6 % シアノプロピルフェニル－94 % ジメチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

7 % シアノプロピル－7 % フェニル-メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

2,3-ジアミノナフタリン $C_{10}H_{10}N_2$ 淡黄褐色の結晶又は粉末で，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉 193 ～ 198 ℃

感度 セレン標準液及び薄めた硝酸（1 → 60）40 mL ずつを正確に量り，それぞれにアンモニア水（28）を加えて pH を 1.8 ～ 2.2 とする．これらの液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.2 g を加え，静かに振り混ぜて溶かし，次に 2,3-ジアミノナフタリン試液 5 mL を加え，振り混ぜた後，100 分間放置する．それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水 10 mL で洗い，洗液は分液漏斗中に合わせ，シクロヘキサン 5.0 mL を加えて 2 分間よく振り混ぜて抽出する．シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く．セレン標準液から得た液につき，薄めた硝酸から得たシクロヘキサン液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 378 nm における吸光度は，0.08 以上である．

セレン標準液 セレン 0.040 g を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 2）100 mL を加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 60）を加えて正確に 50 mL とする．用時製する．この液 1 mL はセレン（Se）0.04 μg を含む．

次亜リン酸 ホスフィン酸 を見よ．

シアン化カリウム KCN 〔K 8443，特級〕

シアン化カリウム試液 シアン化カリウム 1 g を水に溶かし，10 mL とする．用時製する．

シアン酢酸 $C_3H_3NO_2$ 白色～淡黄色の結晶である．水に極めて溶けやすい．

含量 99 % 以上． 定量法 本品約 300 mg を精密に量り，水 25 mL 及びエタノール（95）25 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 85.06 mg $C_3H_3NO_2$

シアン酢酸エチル $NCCH_2COOC_2H_5$ 無色～淡黄色の澄明な液で，芳香がある．比重 d_{20}^{20}：約 1.08

確認試験 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）0.5 mL に，キンヒドロンの薄めたエタノール（99.5）（1 → 2）溶液（1 → 20000）1 mL にアンモニア水（28）1 滴を滴加した液を加えるとき，液は明るい青色を呈する．

ジェサコニチン，純度試験用 $C_{35}H_{49}NO_{12}$ 白色の粉末である．アセトニトリル，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3500 cm^{-1}，1715 cm^{-1}，1607 cm^{-1}，1281 cm^{-1}，1259 cm^{-1}，1099 cm^{-1} 及び 772 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉 $E_{1cm}^{1\%}$（258 nm）：270 ～ 291（5 mg，エタノール（99.5），200 mL）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

純度試験 類縁物質

（1） 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2） 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のジェサコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジェサコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（9：1）
流量：ジェサコニチンの保持時間が約 36 分になるように調整する．
面積測定範囲：ジェサコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たジェサコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たジェサコニチンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．
システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 5 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 1 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジェサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水分〈2.48〉 1.0 % 以下（5 mg，電量滴定法）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

ジエタノールアミン $C_4H_{11}NO_2$ 無色の粘性のある液体である．
融点〈2.60〉 27 ～ 30 ℃
水分〈2.48〉 本品 1 g 中，水分は 1 mg 以下とする．

ジエチルアミン $(C_2H_5)_2NH$ 無色澄明の液で，アミンようの特異なにおいがある．水又はエタノール（95）と混和する．水溶液はアルカリ性で，空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．
比重〈2.56〉 d_4^{10}：0.702 ～ 0.708
蒸留試験〈2.57〉 54 ～ 58 ℃，96 vol% 以上．
含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 1.5 g を，0.5 mol/L 硫酸 30 mL を正確に入れたフラスコに精密に量り，過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 73.14 mg $(C_2H_5)_2NH$

ジエチルエーテル $C_2H_5OC_2H_5$〔K 8103，特級〕

ジエチルエーテル，生薬純度試験用〔K 8103，特級〕 ただし，ジエチルエーテル 300.0 mL を量り，減圧，40 ℃ 以下で濃縮し，ジエチルエーテルを加えて正確に 1 mL とし，試料溶液とする．別に γ-BHC 2.0 mg を生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）1 μL ずつを正確にとり，次の操作条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）の γ-BHC のピーク面積より大きくない．
試験条件
検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の純度試験（2）の試験条件を準用する．
検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）1 μL から得た γ-BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）1 μL から得た γ-BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後から γ-BHC の保持時間の約 3 倍の範囲

ジエチルエーテル，無水 $C_2H_5OC_2H_5$〔K 8103，特級，ただし，水分 0.01 % 以下のもの〕

***N*,*N*-ジエチルジチオカルバミド酸銀** $C_5H_{10}AgNS_2$〔K 9512，特級〕

***N*,*N*-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物** $(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O$〔K 8454，特級〕

ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛 プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉 を見よ．

ジエチルジチオカルバミン酸銀 *N*,*N*-ジエチルジチオカルバミド酸銀 を見よ．

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム *N*,*N*-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 を見よ．

***N*,*N*-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物** *N*,*N*-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 を見よ．

***N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩** $C_{18}H_{24}N_2O_4$ 白色の結晶性の粉末である．
確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3340 cm^{-1}，2940 cm^{-1}，1581 cm^{-1}，1536 cm^{-1}，1412 cm^{-1}，789 cm^{-1}，774 cm^{-1} 及び 721 cm^{-1} 付近に吸収を認める．
純度試験 溶状 本品 0.1 g に水 20 mL を加え，加温して溶かすとき，液は澄明である．

***N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液** *N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 1 g をアセトン/水混液（1：1）100 mL に溶かす．用時製する．

***N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液** *N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 1 g を水に溶かし，1000 mL とする．

ジエチレングリコール $HO(CH_2CH_2O)_2H$ 無色，無臭の液で，水，エタノール（95）と混和する．
比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.118 ～ 1.120

ジエチレングリコールアジピン酸エステル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ジエチレングリコールコハク酸エステル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ジエチレングリコールジメチルエーテル $(CH_3OCH_2CH_2)_2O$

無色澄明の液で，水と混和する．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.940 ～ 0.950

蒸留試験〈2.57〉　158 ～ 160 ℃，95 vol% 以上．

ジエチレングリコールモノエチルエーテル　〔2-(2-エトキシエトキシ)エタノール〕　$C_2H_5(OCH_2CH_2)_2OH$　沸点が約 203 ℃ の無色澄明の液体である．水と混和する．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.425 ～ 1.429

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.990 ～ 0.995

酸（CH_3COOH として）：0.01 % 以下．

ジエチレングリコールモノエチルエーテル，水分測定用　水分測定法〈2.48〉 を見よ．

四塩化炭素　CCl_4 〔K 8459，特級〕

ジオキサン　1,4-ジオキサン　を見よ．

1,4-ジオキサン　$C_4H_8O_2$ 〔K 8461，特級〕

ジギトニン　$C_{56}H_{92}O_{29}$ 〔K 8452，特級〕

シクロスポリン U　$C_{81}H_{109}N_{11}O_{12}$　白色の粉末である．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：約 −190°（0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）

シクロヘキサン　C_6H_{12} 〔K 8464，特級〕

シクロヘキシルアミン　$C_6H_{11}NH_2$　無色澄明の液体でアミンようの特異なにおいがある．水，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンと混和する．

純度試験　類縁物質　本品を試料溶液とする．別に本品 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）/シクロヘキサン混液（6：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

シクロヘキシルメタノール　$C_7H_{14}O$　わずかに樟脳の匂いがある液で，エタノール（99.5）にやや溶けやすい．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：約 1.464

沸点〈2.57〉　約 185 ℃

1,2-ジクロルエタン　1,2-ジクロロエタン　を見よ．

2,6-ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム　2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物　を見よ．

2,6-ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液　2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液　を見よ．

2,6-ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液，滴定用　2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用　を見よ．

ジクロルフルオレセイン　ジクロロフルオレセイン　を見よ．

ジクロルフルオレセイン試液　ジクロロフルオレセイン試液　を見よ．

ジクロルメタン　ジクロロメタン　を見よ．

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液　2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.1 g に水 100 mL を加え，加温した後，ろ過する．3 日以内に使用する．

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用　医薬品各条 「アスコルビン酸散」 を見よ．

2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物　$C_{12}H_6Cl_2NNaO_2 \cdot 2H_2O$ 〔K 8469，特級〕

1,2-ジクロロエタン　$ClCH_2CH_2Cl$ 〔K 8465，特級〕

2,6-ジクロロフェノール　$C_6H_4Cl_2O$　白色～帯紫白色の結晶である．

融点〈2.60〉　65 ～ 67 ℃

ジクロロフルオレセイン　$C_{20}H_{10}Cl_2O_5$　だいだい色～赤褐色の粉末である．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液はだいだい赤色となり，これに希塩酸 10 mL を加えて酸性にするとき，赤だいだい色の沈殿を生じる．

（2）本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水 40 mL を加えるとき，液は緑黄色の蛍光を発する．

ジクロロフルオレセイン試液　ジクロロフルオレセイン 0.1 g をエタノール（95）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.5 mL を加え，次に水を加えて 100 mL とする．

1,2-ジクロロベンゼン　$C_6H_4Cl_2$　無色の液体である．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：1.306

沸点〈2.57〉　180 ～ 181 ℃

ジクロロメタン　CH_2Cl_2 〔K 8161，特級〕

試験菌移植培地，テセロイキン用　ペプトン 6.0 g，酵母エキス 3.0 g，肉エキス 1.5 g，ブドウ糖 1.0 g，カンテン 13.0 ～ 20.0 g を水に溶かし 1000 mL とし，滅菌する．pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

試験菌移植培地斜面，テセロイキン用　内径 16 mm の試験管に，テセロイキン用試験菌移植培地約 9 mL を分注した後，滅菌し，斜面としたもの．

ジゴキシン　$C_{41}H_{64}O_{14}$ 〔医薬品各条〕

次酢酸鉛試液　酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 3 g 及び酸化鉛（Ⅱ）1 g に水 0.5 mL を加え，すり混ぜて得た類黄色の混和物をビーカーに入れ，時計皿で覆い水浴上で加熱し均等の白色又は帯赤白色になったとき，更に熱湯 9.5 mL を少量ずつ加え，再び時計皿で覆い放置した後，上澄液を傾斜してとり，水を加えてその比重を 1.23 ～ 1.24（15 ℃）に調整する．

貯法　密栓して保存する．

次酢酸鉛試液，希　次酢酸鉛試液 2 mL に新たに煮沸して冷却した水を加えて 100 mL とする．用時製する．

シザンドリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{32}O_7$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　130 ～ 135 ℃

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

ジシクロヘキシル　$C_{12}H_{22}$

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：約 0.864

沸点〈2.57〉　約 227 ℃

融点〈2.60〉　約 4 ℃

ジシクロヘキシルウレア　$C_6H_{11}NHCONHC_6H_{11}$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をメタノールに溶かし，100 mL とする．この液 10 mL を量り，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 20 mL を量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸（1 → 10）5 mL を加えて振り混ぜ，試料溶液とする．この液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジシクロヘキシルウレア以外のピークの合計量は 3.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「アセトヘキサミド」の純度試験（5）（ii）の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジシクロヘキシルウレアの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「アセトヘキサミド」の純度試験（5）（ii）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とした液 50 μL から得たジシクロヘキシルウレアのピーク面積が，標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積の 1.8 ～ 3.3 %であることを確認する．

***N*,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド** $C_6H_{11}N=C=NC_6H_{11}$ 無色若しくは白色の結晶又は結晶性の塊．エタノール(95)に溶けるが水で分解し，白色沈殿を生じる．

融点〈2.60〉 35 ～ 36 ℃

***N*,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液** *N*,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド 6 g をエタノール(99.5)に溶かし，100 mL とする．

貯法 気密容器に入れ，冷所に保存する．

***N*,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液** *N*,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 を見よ．

次硝酸ビスマス 〔医薬品各条〕

次硝酸ビスマス試液 L-酒石酸 10 g を水 40 mL に溶かす．これに次硝酸ビスマス 0.85 g を加え，1 時間振り混ぜる．次にヨウ化カリウム溶液（2 → 5）20 mL を加え，よく振り混ぜる．24 時間放置した後，ろ過する．この液は遮光して保存する．

L-シスチン $HOOCCH(NH_2)CH_2SSCH_2CH(NH_2)COOH$ 〔K 9048，L(−)-シスチン，特級〕

L-システイン塩酸塩一水和物 $HSCH_2CH(NH_2)COOH \cdot HCl \cdot H_2O$ 〔K 8470，特級〕

L-システイン酸 $C_3H_7NO_5S$ 白色の粉末．

融点〈2.60〉 約 260 ℃

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$： + 7.5 ～ + 9.0°（1.5 g，水，20 mL，100 mm）

シスプラチン $Cl_2H_6N_2Pt$ 〔医薬品各条〕

2,6-ジ-第三ブチル-*p*-クレゾール 2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール を見よ．

2,6-ジ-第三ブチル-*p*-クレゾール試液 2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 を見よ．

ジチオスレイトール $C_4H_{10}O_2S_2$ 結晶である．

融点〈2.60〉 約 42 ℃

1,1′-[3,3′-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリン $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2960 cm^{-1}，1750 cm^{-1}，1720 cm^{-1}，1600 cm^{-1}，1480 cm^{-1}，1450 cm^{-1} 及び 1185 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に正確に溶かした液につき，「カプトプリル」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.2 の主スポット以外のスポットを認めない．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，メタノール 20 mL に溶かし，水 50 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 21.63 mg $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$

ジチゾン $C_6H_5NHNHCSN:NC_6H_5$ 〔K 8490，特級〕

ジチゾン液，抽出用 ジチゾン 30 mg をクロロホルム 1000 mL に溶かし，エタノール（95）5 mL を加える．この液は保存する．用時，この液の必要量をとり，その 1/2 容量の薄めた硝酸（1 → 100）を加えて振り混ぜた後，水層を除いて用いる．

ジチゾン試液 ジチゾン 25 mg をエタノール（95）100 mL に溶かす．用時製する．

シトシン $C_4H_5N_3O$ 白色の結晶性の粉末又は粉末である．

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$（276 nm）：800 以上（乾燥後，40 mg，0.1 mol/L 塩酸試液，10000 mL）．

ジドロゲステロン，定量用 $C_{21}H_{28}O_2$ 〔医薬品各条，「ジドロゲステロン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

2,4-ジニトロクロルベンゼン 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン を見よ．

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン $(NO_2)_2C_6H_3NHNH_2$ 〔K 8480，特級〕

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 1.5 g を硫酸 10 mL 及び水 10 mL の冷混液に溶かし，無アルデヒドエタノール 1 容量及び水 3 容量の混液を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 1.5 g を硫酸 10 mL 及び水 10 mL の冷混液に溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．

2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 3 g にジエチレングリコールジメチルエーテル 100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，必要ならばろ過する．

2,4-ジニトロフェノール $C_6H_3OH(NO_2)_2$ 黄色の結晶又は結

晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　110 ～ 114 ℃

2,4–ジニトロフェノール試液　2,4–ジニトロフェノール 0.5 g をエタノール（95）100 mL に溶かす．

2,4–ジニトロフルオルベンゼン　1–フルオロ–2,4–ジニトロベンゼン　を見よ．

1,3–ジニトロベンゼン　$C_6H_4(NO_2)_2$〔K 8482，*m*–ジニトロベンゼン，特級〕

***m*–ジニトロベンゼン**　1,3–ジニトロベンゼン　を見よ．

1,3–ジニトロベンゼン試液　1,3–ジニトロベンゼン 1 g をエタノール（95）100 mL に溶かす．用時製する．

***m*–ジニトロベンゼン試液**　1,3–ジニトロベンゼン試液　を見よ．

1,3–ジニトロベンゼン試液，アルカリ性　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 1 mL にエタノール（99.5）140 mL を混和し，一部をとり 0.01 mol/L 塩酸で滴定（指示薬：メチルレッド試液）した後，残部をエタノール（99.5）で薄めて 0.008 mol/L 液とする．用時，この液 40 mL に 1,3–ジニトロベンゼンのベンゼン溶液（1 → 20）60 mL を混和する．

***m*–ジニトロベンゼン試液，アルカリ性**　1,3–ジニトロベンゼン試液，アルカリ性　を見よ．

シネオール，定量用　$C_{10}H_{18}O$　無色澄明の液で特異な芳香がある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.457 ～ 1.459

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.920 ～ 0.930

純度試験

（1）類縁物質（i）本品 0.20 g をヘキサン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき薄層クロマトグラフィーにより試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4–メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

（2）類縁物質（ii）本品 0.10 g をヘキサン 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりシネオールの量を求めるとき，99.0 % 以上である．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ユーカリ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：試料溶液 1 mL を量り，ヘキサンを加えて 100 mL とする．この液 2 μL から得たシネオールのピーク高さがフルスケールの 40 ～ 60 % となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシネオールの保持時間の約 3 倍の範囲

シノブファギン，成分含量測定用　$C_{26}H_{34}O_6 \cdot nH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E_{1cm}^{1\%}$（295 nm）：125 ～ 137（10 mg，メタノール，250 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 40 mg を量り，以下成分含量測定用ブファリンの純度試験を準用する．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりシノブファギンの量を求める．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：295 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：シノブファギンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用ブファリン，成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニン 10 mg ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．この溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）20 μL から得たシノブファギンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）20 μL から得たシノブファギンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシノブファギンの保持時間の約 2 倍の範囲

2,4–ジヒドロキシ安息香酸　$C_7H_6O_4$　白色～微褐色の粉末である．

溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

含量　95 % 以上．　定量法　本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）及び水 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 15.41 mg $C_7H_6O_4$

1,3–ジヒドロキシナフタレン　$C_{10}H_6(OH)_2$　結晶，紫褐色の粉末で水又はエタノール（95）に溶けやすい．

融点〈2.60〉　約 125 ℃

2,7–ジヒドロキシナフタレン　$C_{10}H_6(OH)_2$　純度 97 % 以上．

2,7–ジヒドロキシナフタレン試液　2,7–ジヒドロキシナフタレン 0.10 g を硫酸 1000 mL に溶かし，初めに呈する黄色が消えるまで静置してから使用する．溶液が著しく黒ずんでい

るときは新たに調整する．

3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン $C_9H_9NO_2$ 本品は白色～淡褐色の粉末又は粒である．融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数 3210 cm^{-1}，1649 cm^{-1}，1502 cm^{-1}，1252 cm^{-1} 及び 816 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

α,α′-ジピリジル 2,2′-ビピリジル を見よ．

1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン $C_{13}H_{14}N_2$ 淡黄色の粉末である．

融点〈2.60〉 61 ～ 62 ℃

水分〈2.48〉 本品 1 g 中，水分は 1 mg 以下とする．

ジフェニル $C_{12}H_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 68 ～ 72 ℃

純度試験 本品 0.10 g をアセトン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりジフェニルの量を求めるとき，98.0 % 以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：180 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ジフェニルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

検出感度：試料溶液 1.0 mL にアセトンを加えて 100 mL とした液 2 μL から得たジフェニルのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 15 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジフェニルの保持時間の約 3 倍の範囲

ジフェニルアミン $(C_6H_5)_2NH$ 〔K 8487，特級〕

ジフェニルアミン・酢酸試液 ジフェニルアミン 1.5 g に硫酸 1.5 mL 及び酢酸（100）を加えて溶かし，100 mL とする．

ジフェニルアミン試液 ジフェニルアミン 1 g を硫酸 100 mL に溶かす．無色の液を用いる．

ジフェニルアミン・氷酢酸試液 ジフェニルアミン・酢酸試液 を見よ．

9,10-ジフェニルアントラセン $C_{26}H_{18}$ 黄色の結晶性の粉末で，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 約 248 ℃

ジフェニルイミダゾール $C_{15}H_{12}N_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくい．

融点〈2.60〉 234 ～ 236 ℃

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．

ジフェニルエーテル $C_{12}H_{10}O$ ゼラニウムようの香気を有する無色の結晶で，エタノール（95），ジエチルエーテルに溶け，水にほとんど溶けない．

比重〈2.56〉 d_{25}^{25}：1.072 ～ 1.075

沸点〈2.57〉 254 ～ 259 ℃

融点〈2.60〉 28 ℃

ジフェニルカルバジド 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド を見よ．

ジフェニルカルバジド試液 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド試液 を見よ．

ジフェニルカルバゾン 〔K 8489，特級〕

ジフェニルカルバゾン試液 ジフェニルカルバゾン 1 g をエタノール（95）に溶かし，1000 mL とする．

1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド $C_{13}H_{14}N_4O$ 〔K 8488，特級〕

1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド試液 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド 0.2 g をエタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）100 mL に溶かす．

5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

1,4-ジフェニルベンゼン $C_{18}H_{14}$ 本品は白色のりん片状の結晶で，わずかに芳香がある．本品はエタノール（99.5）に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3050 cm^{-1}，3020 cm^{-1}，1585 cm^{-1}，1565 cm^{-1}，1476 cm^{-1}，1450 cm^{-1}，995 cm^{-1}，834 cm^{-1}，740 cm^{-1} 及び 680 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

ジフェンヒドラミン $C_{17}H_{21}NO$ 〔医薬品各条〕

ジ-*n*-ブチルエーテル $(C_4H_9)_2O$ 無色澄明の液体で水と混和しない．

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.768 ～ 0.771

2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール $[(CH_3)_3C]_2C_6H_2(CH_3)OH$ 白色の結晶性の粉末で，エタノール（95）に溶けやすい．

融点〈2.60〉 69 ～ 71 ℃

強熱残分〈2.44〉 0.05 % 以下．

2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール 0.1 g をエタノール（95）に溶かし，10 mL とする．

ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛 プラスチック製医薬品容器試験法〈7.02〉 を見よ．

ジプロフィリン $C_{10}H_{14}N_4O_4$ 白色の粉末又は粒で，水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験 本品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3460 cm^{-1}，3330 cm^{-1}，1651 cm^{-1}，1242 cm^{-1}，1059 cm^{-1} 及び 1035 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

2,6-ジブロムキノンクロルイミド 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン を見よ．

2,6-ジブロムキノンクロルイミド試液 2,6-ジブロモ-*N*-クロ

ロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン試液　を見よ．

2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン　$C_6H_2Br_2$：ClNO〔K 8491，2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−*p*−ベンゾキノンモノイミン，特級〕

2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−*p*−ベンゾキノンモノイミン　2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン　を見よ．

2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン試液　2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン 0.5 g をメタノールに溶かし，100 mL とする．

2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン試液，希　2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン 0.2 g をメタノールに溶かし，100 mL とする．

2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−*p*−ベンゾキノンモノイミン試液　2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン試液を見よ．

2,6−ジブロモ −*N*−クロロ−*p*−ベンゾキノンモノイミン試液，希　2,6−ジブロモ−*N*−クロロ−1,4−ベンゾキノンモノイミン試液，希　を見よ．

ジベンジル　$C_{14}H_{14}$　白色の結晶で，ジエチルエーテルに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　50 ～ 54 ℃

純度試験　本品 32 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，「注射用ビンブラスチン硫酸塩」の定量法の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，ジベンジル以外のピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液 10 mL にメタノールを加えて 20 mL とした液 20 μL から得たジベンジルのピーク高さが 3 ～ 5 cm になるように調整し，面積測定範囲は主ピークの保持時間の約 1.2 倍の範囲とする．

脂肪油　医薬品各条中の脂肪油．

***N*,*N*−ジメチルアセトアミド**　$CH_3CON(CH_3)_2$　本品は無色澄明の液体である．

沸点〈*2.57*〉　163 ～ 165 ℃

比重〈*2.56*〉　0.938 ～ 0.945（第 3 法）．

水分〈*2.48*〉　0.2 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．

純度試験　本品 3 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により，*N*,*N*−ジメチルアセトアミドの量を求めるとき，98.0 % 以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.25 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 0.5 μm で被覆する．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度で注入し，1 分間保った後，200 ℃ になるまで毎分 10 ℃ の割合で昇温し，200 ℃ 付近の一定温度で 3 分間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量（線速度）：約 30 cm/秒

面積測定範囲：*N*,*N*−ジメチルアセトアミドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 1.0 g を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 3 μL から得た *N*,*N*−ジメチルアセトアミドのピーク面積がフルスケールの 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの再現性：本品 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*−ジメチルアセトアミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

ジメチルアニリン　*N*,*N*−ジメチルアニリン　を見よ．

***N*,*N*−ジメチルアニリン**　$C_6H_5N(CH_3)_2$　無色～淡黄色の液体で，特異なにおいがある．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.955 ～ 0.960

蒸留試験〈*2.57*〉　192 ～ 195 ℃，95 vol% 以上

4−ジメチルアミノアンチピリン　$C_{13}H_{17}N_3O$　無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

純度試験　本品の水溶液（1 → 2000）5 μL につき，「セフピラミドナトリウム」の定量法を準用し，試験を行う．溶媒のピークの後から 4−ジメチルアミノアンチピリンの保持時間の約 2 倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により 4−ジメチルアミノアンチピリン以外のピークの合計量を求めるとき，1.0 % 以下である．

4−ジメチルアミノシンナムアルデヒド　$C_{11}H_{13}NO$　だいだい色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．希塩酸に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　140 ～ 142 ℃

純度試験　溶状　本品 0.20 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

窒素含量〈*1.08*〉　7.8 ～ 8.1 %（105 ℃，2 時間，乾燥後）．

***p*−ジメチルアミノシンナムアルデヒド**　4−ジメチルアミノシンナムアルデヒド　を見よ．

4−ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液　4−ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 2000）10 mL に，用時，酢酸（100）1 mL を加える．

***p*−ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液**　4−ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液　を見よ．

ジメチルアミノフェノール　$(CH_3)_2NC_6H_4OH$　暗紫色の結晶又は結晶性の塊．

融点〈*2.60*〉　85 ℃

4−ジメチルアミノベンジリデンロダニン　$C_{12}H_{12}N_2OS_2$〔K 8495，*p*−ジメチルアミノベンジリデンロダニン，特級〕

***p*−ジメチルアミノベンジリデンロダニン**　4−ジメチルアミノベンジリデンロダニン　を見よ．

4−ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液　4−ジメチルアミノベンジリデンロダニン 0.02 g をアセトンに溶かし，100 mL とする．

***p*−ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液**　4−ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液　を見よ．

4−ジメチルアミノベンズアルデヒド　$(CH_3)_2NC_6H_4CHO$〔K

8496，*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド，特級〕

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド を見よ．

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 を見よ．

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液，希** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 0.125 g を硫酸 65 mL 及び水 35 mL の冷混液に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 0.05 mL を加える．調製後 7 日以内に用いる．

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液，希 水 80 mL に氷冷しながら 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 100 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.15 mL を注意して加える．

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 を見よ．

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 1.0 g を冷却しながら塩酸 50 mL に溶かし，エタノール（95）50 mL を加える．

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 を見よ．

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 10 g を硫酸 90 mL 及び水 10 mL の冷混液に溶かす．用時製する．

4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 1.0 g を希硫酸 20 mL に溶かす．用時製する．

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 を見よ．

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用** 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 を見よ．

ジメチルアミン $(CH_3)_2NH$ 無色澄明の液で，アミンようの特異なにおいがある．水又はエタノール（99.5）と混和する．アルカリ性である．

比重〈*2.56*〉 d_{20}^{20}：0.85 ～ 0.93

含量 38.0 ～ 45.0 %． 定量法 本品約 1.0 g を，0.5 mol/L 硫酸 20 mL を正確に入れたフラスコに精密に量り，過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 45.08 mg C_2H_7N

***N*,*N*-ジメチル-*n*-オクチルアミン** $C_{10}H_{23}N$ 本品は，無色の液である．

屈折率〈*2.45*〉 n_D^{20}：1.424

ジメチルグリオキシム $C_4H_8N_2O_2$ 〔K 8498，特級〕

ジメチルグリオキシム試液 ジメチルグリオキシム 1 g をエタノール（95）に溶かし，100 mL とする．

ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 A 液：ジメチルグリオキシム 0.5 g を塩酸に溶かし，100 mL とする．用時製する．B 液：チオセミカルバジド 0.1 g に水 50 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，薄めた塩酸（1 → 2）を加えて 100 mL とする．用時製する．A 液及び B 液のそれぞれ 10 mL ずつを合わせ，薄めた塩酸（1 → 2）を加えて 100 mL とし，1 時間放置後，24 時間以内に使用する．

ジメチルスルホキシド $(CH_3)_2SO$ 〔K 9702，特級〕

ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用 無色の結晶又は無色澄明の液で，特異なにおいがある．吸湿性が強い．

凝固点〈*2.42*〉 18.3 ℃ 以上．

純度試験 本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，窒素を飽和した後，直ちに吸光度を測定するとき，波長 270 nm で 0.20 以下，275 nm で 0.09 以下，280 nm で 0.06 以下，300 nm で 0.015 以下である．また，波長 260 ～ 350 nm において特異な吸収を認めない．

水分〈*2.48*〉 0.1 % 以下．

2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル，薄層クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{16}N_2O_5$ ニフェジピンのメタノール溶液（1 → 100）にキセノン光を 50000 lx の照度で 8 時間照射した後，水浴上でメタノールを留去する．残留物を 1-プロパノールで 4 回再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で乾燥する．ごくうすい青色の結晶で，クロロホルムに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉 93 ～ 95 ℃

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.83 mg $C_{17}H_{16}N_2O_5$

***N*,*N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩** $H_2NC_6H_4N(CH_3)_2 \cdot 2HCl$ 〔K 8193，二塩化 *N*,*N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム，特級〕

ジメチルホルムアミド *N*,*N*-ジメチルホルムアミド を見よ．

***N*,*N*-ジメチルホルムアミド** $HCON(CH_3)_2$ 〔K 8500，特級〕

***N*,*N*-ジメチルホルムアミド，液体クロマトグラフィー用** 〔K 8500，特級〕 ただし，本品につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉（層長 1 cm，対照水）により吸光度を測定するとき，波長 270 nm，280 nm 及び 300 nm におけるそれぞれの吸光度は 0.60 以下，0.15 以下及び 0.05 以下である．

ジメドン $C_8H_{12}O_2$ 白色～微黄色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉 145 ～ 149 ℃

ジモルホラミン，定量用 $C_{20}H_{38}N_4O_4$ 〔医薬品各条，「ジモルホラミン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

弱塩基性 DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体（Cl 型） DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体（Cl 型），弱塩基性 を見よ．

弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体（H 型） 多孔性を有する真球状セルロースを架橋して強度をもたせ，カルボキシルメチル基を導入した弱酸性陽イオン交換体．

重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 DCl 核磁気共鳴スペ

クトル測定用に製造したもの．

臭化カリウム　KBr 〔K 8506，特級〕

臭化カリウム，赤外吸収スペクトル用　臭化カリウム単結晶又は臭化カリウムを砕き，200 号（75 μm）ふるいを通過したものを集め，120 ℃ で 10 時間又は 500 ℃ で 5 時間乾燥する．これを用いて錠剤を作り，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉により測定するとき，異常な吸収を認めない．

臭化シアン試液　氷冷した水 100 mL に臭素 1 mL を加え，激しく振り混ぜた後，氷冷したシアン化カリウム試液を臭素の色がまさに脱色するまで滴加する．この試液はドラフト中で用時製する．この試液の蒸気は極めて有毒であるから取扱いに際し，吸入しないように注意する．

臭化ジスチグミン，定量用　$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$ 〔医薬品各条，「ジスチグミン臭化物」ただし，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム　$C_{18}H_{16}BrN_5S$　黄色の結晶．融点：約 195 ℃（分解）．

臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム試液　臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム 5 g をリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし，1000 mL とする．

臭化水素酸　HBr 〔K 8509，特級〕

臭化水素酸アレコリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_8H_{13}NO_2$・HBr　白色結晶で水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　169 ～ 171 ℃

純度試験　類縁物質　本品 50 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき，「ビンロウジ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

臭化水素酸スコポラミン　$C_{17}H_{21}NO_4$・HBr・$3H_2O$ 〔医薬品各条，「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」〕

臭化水素酸スコポラミン，薄層クロマトグラフィー用　〔医薬品各条，「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」ただし，「アヘンアルカロイド・アトロピン注射液」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めないもの〕

臭化水素酸セファエリン　$C_{28}H_{38}N_2O_4$・2HBr・$x$$H_2O$　白色又は淡黄色の結晶性の粉末である．

純度試験　本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，「トコン」の成分含量測定法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりエメチンの保持時間の 2 倍まで試験を行う．試料溶液のセファエリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファエリンのピーク面積より大きくない．

臭化水素酸ホマトロピン　$C_{16}H_{21}NO_3$・HBr 〔医薬品各条，「ホマトロピン臭化水素酸塩」〕

臭化ダクロニウム，薄層クロマトグラフィー用　$C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$　白色の結晶性の粉末で，水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2938 cm^{-1}，1737 cm^{-1}，1630 cm^{-1}，1373 cm^{-1}，1233 cm^{-1} 及び 1031 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，試液溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，「パンクロニウム臭化物」の純度試験（2）類縁物質を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈2.48〉　1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

含量　換算した脱水物に対し，98.0 % 以上．　定量法　本品約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L　過塩素酸 1 mL = 34.53 mg $C_{33}H_{58}Br_2N_2O_3$

臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム　$C_{13}H_{30}NBr$　白色の粉末である．融点：約 232 ℃（分解）．

含量　99 % 以上．　定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（指示薬：クロム酸カリウム試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 28.03 mg $C_{13}H_{30}NBr$

臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム試液，0.005 mol/L　リン酸二水素カリウム 6.94 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及び臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム 1.40 g を水に溶かし，1000 mL とする．

臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム　$[CH_3(CH_2)_3]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　101 ～ 105 ℃

純度試験　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，希硝酸 5 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 32.24 mg $C_{16}H_{36}NBr$

臭化テトラ *n*-プロピルアンモニウム　$[CH_3CH_2CH_2]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，希硝酸 5 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 26.63 mg $C_{12}H_{28}NBr$

臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム　$[CH_3(CH_2)_6]_4NBr$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

融点〈2.60〉　87 ～ 89 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたアセトニトリル（3 → 5）50 mL に溶かし，希硝酸 5 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 49.07 mg $C_{28}H_{60}NBr$

臭化テトラ *n*–ペンチルアンモニウム 〔$CH_3(CH_2)_4]_4NBr$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，吸湿性である．

融点〈2.60〉 100 ～ 101 ℃

臭化ナトリウム NaBr 〔K 8514，特級〕

臭化プロパンテリン $C_{23}H_{30}BrNO_3$ 〔医薬品各条，「プロパンテリン臭化物」〕

臭化ヨウ素（Ⅱ） IBr 黒褐色の結晶又は塊で，水，エタノール（95），酢酸（100），ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶ける．

融点〈2.60〉 40 ℃

貯法 遮光したガラス容器に入れ，冷所に保存する．

臭化リチウム LiBr 白色の結晶又は結晶性の粉末で，吸湿性である．

塩化物〈1.03〉 0.1 % 以下

硫酸塩〈1.14〉 0.01 % 以下

重クロム酸カリウム 二クロム酸カリウム を見よ．

重クロム酸カリウム（標準試薬） 二クロム酸カリウム（標準試薬） を見よ．

重クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム試液 を見よ．

重クロム酸カリウム・硫酸試液 二クロム酸カリウム・硫酸試液 を見よ．

シュウ酸 シュウ酸二水和物 を見よ．

シュウ酸アンモニウム シュウ酸アンモニウム一水和物 を見よ．

シュウ酸アンモニウム一水和物 $(NH_4)_2C_2O_4・H_2O$ 〔K 8521，しゅう酸アンモニウム一水和物，特級〕

シュウ酸アンモニウム試液 シュウ酸アンモニウム一水和物 3.5 g を水に溶かし，100 mL とする（0.25 mol/L）．

シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定法〈2.54〉の シュウ酸塩 pH 標準液 を見よ．

シュウ酸試液 シュウ酸二水和物 6.3 g を水に溶かし，100 mL とする（0.5 mol/L）．

シュウ酸ナトリウム（標準試薬） $C_2O_4Na_2$ 〔K 8005，しゅう酸ナトリウム，容量分析用標準物質〕

シュウ酸 *N*–(1–ナフチル)–*N′*–ジエチルエチレンジアミン *N*,*N*–ジエチル–*N′*–1–ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 を見よ．

シュウ酸 *N*–(1–ナフチル)–*N′*–ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液 *N*,*N*–ジエチル–*N′*–1–ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 を見よ．

シュウ酸 *N*–(1–ナフチル)–*N′*–ジエチルエチレンジアミン試液 *N*,*N*–ジエチル–*N′*–1–ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 を見よ．

シュウ酸二水和物 $H_2C_2O_4・2H_2O$ 〔K 8519，しゅう酸二水和物，特級〕

重水，核磁気共鳴スペクトル測定用 D_2O 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

重水素化ギ酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 DCOOD 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用 $CDCl_3$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

重水素化ジメチルスルホキシド，核磁気共鳴スペクトル測定用 $(CD_3)_2SO$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

重水素化ピリジン，核磁気共鳴スペクトル測定用 C_5D_5N 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

重水素化メタノール，核磁気共鳴スペクトル測定用 CD_3OD 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

重水素化溶媒，核磁気共鳴スペクトル測定用 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．重水素化クロロホルム（$CDCl_3$），重水素化ジメチルスルホキシド〔$(CD_3)_2SO$〕，重水（D_2O），重水素化ピリジン（C_5D_5N）などがある．

臭素 Br 〔K 8529，特級〕

臭素・酢酸試液 酢酸ナトリウム三水和物 10 g を酢酸（100）に溶かして 100 mL とし，臭素 5 mL を加えて振り混ぜる．

貯法 遮光してなるべく冷所に保存する．

臭素酸カリウム $KBrO_3$ 〔K 8530，特級〕

臭素試液 臭素を水に飽和して製する．栓にワセリンを塗った共栓瓶に臭素 2 ～ 3 mL をとり，冷水 100 mL を加えて密栓して振り混ぜる．

貯法 遮光してなるべく冷所に保存する．

臭素・シクロヘキサン試液 臭素 0.1 g をシクロヘキサンに溶かし，100 mL とする．この液 2 mL にシクロヘキサンを加えて 10 mL とする．用時製する．

臭素・水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム溶液（3 → 100）100 mL に臭素 0.2 mL を加える．用時製する．

臭素・四塩化炭素試液 臭素 0.1 g を四塩化炭素に溶かし，100 mL とする．この液 2 mL に四塩化炭素を加えて 10 mL とする．用時製する．

酒石酸 L–酒石酸 を見よ．

L–酒石酸 $C_4H_6O_6$ 〔K 8532，L(＋)–酒石酸，特級〕

L–酒石酸アンモニウム $C_4H_{12}N_2O_6$ 〔K 8534，(＋)–酒石酸アンモニウム，特級〕

酒石酸アンモニウム L–酒石酸アンモニウム を見よ．

酒石酸カリウム $2C_4H_4K_2O_6・H_2O$ 〔K 8535，酒石酸カリウム–水（2/1），特級〕

酒石酸カリウムナトリウム 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 を見よ．

酒石酸緩衝液，pH 3.0 L–酒石酸 1.5 g 及び酒石酸ナトリウム二水和物 2.3 g を水に溶かし，1000 mL とする．

酒石酸水素ナトリウム 酒石酸水素ナトリウム一水和物 を見よ．

酒石酸水素ナトリウム一水和物 $NaHC_4H_4O_6・H_2O$ 〔K 8538，(＋)–酒石酸水素ナトリウム一水和物，特級〕

酒石酸水素ナトリウム試液 酒石酸水素ナトリウム一水和物 1 g を水に溶かし，10 mL とする（0.5 mol/L）．用時製する．

酒石酸第一鉄試液 酒石酸鉄（Ⅱ）試液 を見よ．

酒石酸鉄（Ⅱ）試液 硫酸鉄（Ⅱ）七水和物 1 g，酒石酸カリウムナトリウム四水和物 2 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 0.1 g を水に溶かし，100 mL とする．

酒石酸ナトリウム 酒石酸ナトリウム二水和物 を見よ．

酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 $KNaC_4H_4O_6・4H_2O$ 〔K

8536，(+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物，特級〕

酒石酸ナトリウム二水和物　$C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$　〔K 8540，(+)-酒石酸ナトリウム二水和物，特級〕

酒石酸メトプロロール，定量用　($(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$)　〔医薬品各条，「メトプロロール酒石酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，メトプロロール酒石酸塩 ($(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$) 99.5 % 以上を含むもの〕

酒石酸レバロルファン，定量用　$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$　〔医薬品各条，「レバロルファン酒石酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，レバロルファン酒石酸塩 ($C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$) 99.0 % 以上を含むもの〕

純度試験用アコニチン　アコニチン，純度試験用　を見よ．

純度試験用ジェサコニチン　ジェサコニチン，純度試験用　を見よ．

純度試験用ヒパコニチン　ヒパコニチン，純度試験用　を見よ．

純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液　ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液，純度試験用　を見よ．

純度試験用メサコニチン　メサコニチン，純度試験用　を見よ．

[6]-ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{24}O_3$

微黄色の油である．メタノール，エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルと混和し，水にほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液 (1：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

硝酸　HNO_3　〔K 8541，特級，濃度 69 ～ 70 %，密度約 1.42 g/mL〕

硝酸，希　硝酸 10.5 mL に水を加えて 100 mL とする．

硝酸，発煙　〔K 8739，発煙硝酸，特級，濃度 97.0 % 以上，密度約 1.52 g/mL〕

硝酸アンモニウム　NH_4NO_3　〔K 8545，特級〕

硝酸カリウム　KNO_3　〔K 8548，特級〕

硝酸カルシウム　硝酸カルシウム四水和物　を見よ．

硝酸カルシウム四水和物　$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$　〔K 8549，特級〕

硝酸銀　$AgNO_3$　〔K 8550，特級〕

硝酸銀・アンモニア試液　硝酸銀 1 g を水 20 mL に溶かし，かき混ぜながらアンモニア試液を沈殿がほとんど溶けるまで滴加する．

貯法　遮光した容器に密栓して保存する．

硝酸銀試液　硝酸銀 17.5 g を水に溶かし，1000 mL とする (0.1 mol/L)．

貯法　遮光して保存する．

硝酸コバルト　硝酸コバルト (Ⅱ) 六水和物　を見よ．

硝酸コバルト (Ⅱ) 六水和物　$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$　〔K 8552，特級〕

硝酸試液，2 mol/L　硝酸 12.9 mL に水を加えて 100 mL とする．

硝酸ジルコニル　硝酸ジルコニル二水和物　を見よ．

硝酸ジルコニル二水和物　$ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$　白色の結晶性の粉末である．本品は，水に溶けやすい．

確認試験

(1)　本品の水溶液 (1 → 20) 5 mL に水酸化ナトリウム 5 mL を加えるとき，白色乳状の沈殿を生じる．

(2)　本品の水溶液 (1 → 20) 10 mL に硫酸 10 mL を加え，冷後，硫酸鉄 (Ⅱ) 試液 2 mL を積層させるとき，境界面に褐色の輪帯が現れる．

硝酸ストリキニーネ，定量用　$C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$　硝酸ストリキニーネ 1 g に水 14 mL 及び活性炭約 10 mg を加え，水浴中で 10 分間加熱する．熱時ろ過し，ろ液を急冷して結晶を析出させた後，結晶をろ取する．この結晶に水 8 mL を加え，再び水浴中で加熱して溶かした後，熱時ろ過して急冷し，析出した結晶をろ取する．水 8 mL を用い，更に 1 回この操作を繰り返した後，結晶をデシケーター (減圧，シリカゲル) で 24 時間乾燥する．無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，水又はグリセリンにやや溶けにくく，エタノール (95) に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品 35 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液 (1) とする．試料溶液及び標準溶液 (1) 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のストリキニーネ以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) のストリキニーネのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ホミカ」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 40 mL とし，標準溶液 (2) とする．標準溶液 (2) 20 μL から得たストリキニーネのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液 (1) 20 μL から得たストリキニーネのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からストリキニーネの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下 (0.2 g，105 ℃，3 時間)．

含量　換算した乾燥物に対し，99.0 % 以上．　定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (4：1) 40 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L過塩素酸 1 mL = 39.74 mg $C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HNO_3$

硝酸セリウム (Ⅲ) 試液　硝酸セリウム (Ⅲ) 六水和物 0.44 g を水に溶かし，1000 mL とする．

硝酸セリウム (Ⅲ) 六水和物　$Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$　無色～淡黄色の結晶性の粉末で，水に溶ける．

純度試験

(1) 塩化物〈1.03〉　0.036 % 以下．

（2）硫酸塩〈1.14〉 0.120 % 以下.

含量 98.0 % 以上. 定量法 本品約 1.5 g を精密に量り，硫酸 5 mL を加え，白煙が激しく発生するまで加熱する．冷後，水 200 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液 0.5 mL 及びペルオキソ二硫酸アンモニウム 5 g を加えて溶かし，15 分間煮沸する．冷後，1,10-フェナントロリン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）液で，液の淡青色が赤色に変わるまで滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）液 1 mL
= 43.42 mg $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$

硝酸第一セリウム 硝酸セリウム（Ⅲ）六水和物 を見よ.

硝酸第一セリウム試液 硝酸セリウム（Ⅲ）試液 を見よ.

硝酸第二鉄 硝酸鉄（Ⅲ）九水和物 を見よ.

硝酸第二鉄試液 硝酸鉄（Ⅲ）試液 を見よ.

硝酸チアミン $C_{12}H_{17}N_5O_4S$〔医薬品各条，「チアミン硝化物」〕

硝酸鉄（Ⅲ）九水和物 $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$〔K 8559，特級〕

硝酸鉄（Ⅲ）試液 硝酸鉄（Ⅲ）九水和物 1 g を pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液に溶かし，300 mL とする.

硝酸デヒドロコリダリン，成分含量測定用 $C_{22}H_{24}N_2O_7$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，水，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約 240 ℃（分解）.

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（333 nm）：577 ～ 642（3 mg，水，500 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 1 時間以上乾燥したもの.

純度試験 類縁物質

（1）本品 5.0 mg を水/メタノール混液（1：1）1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルで調製した薄層板にスポットし，速やかにメタノール/水/酢酸（100）混液（20：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，また，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（2）本品 5.0 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のデヒドロコリダリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデヒドロコリダリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデヒドロコリダリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

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

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たデヒドロコリダリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液 5 μL から得たデヒドロコリダリンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後になるように調整する.

硝酸ナトリウム $NaNO_3$〔K 8562，特級〕

硝酸ナファゾリン $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$〔医薬品各条，「ナファゾリン硝酸塩」〕

硝酸ナファゾリン，定量用 $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$〔医薬品各条，「ナファゾリン硝酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$）99.0 % 以上を含むもの〕

硝酸鉛 硝酸鉛（Ⅱ） を見よ.

硝酸鉛（Ⅱ） $Pb(NO_3)_2$〔K 8563，特級〕

硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ） $Ce(NH_4)_2(NO_3)_6$〔K 8556，特級〕

硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ）6.25 g を薄めた希硝酸（9 → 50）160 mL に溶かす．調製後 3 日以内に使用する.

硝酸バリウム $Ba(NO_3)_2$〔K 8565，特級〕

硝酸バリウム試液 硝酸バリウム 6.5 g を水に溶かし，100 mL とする（0.25 mol/L）.

硝酸ビスマス 硝酸ビスマス五水和物 を見よ.

硝酸ビスマス五水和物 $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$〔K 8566，特級〕

硝酸ビスマス試液 硝酸ビスマス五水和物 5.0 g を酢酸（100）に溶かし，100 mL とする.

硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 硝酸ビスマス五水和物 0.35 g を酢酸（100）4 mL 及び水 16 mL に溶かし，A 液とする．ヨウ化カリウム 8 g を水 20 mL に溶かし，B 液とする．A 液及び B 液の等容量混液 20 mL に希硫酸 80 mL 及び過酸化水素（30）0.2 mL を加える．用時製する.

硝酸マグネシウム 硝酸マグネシウム六水和物 を見よ.

硝酸マグネシウム六水和物 $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$〔K 8567，特級〕

焦性ブドウ酸ナトリウム 微生物試験用に製造したもの.

消毒用エタノール エタノール，消毒用 を見よ.

生薬純度試験用アセトン アセトン，生薬純度試験用 を見よ.

生薬純度試験用アリストロキア酸Ⅰ アリストロキア酸Ⅰ，生薬純度試験用 を見よ.

生薬純度試験用エーテル ジエチルエーテル，生薬純度試験用 を見よ.

生薬純度試験用ジエチルエーテル ジエチルエーテル，生薬純度試験用 を見よ.

生薬純度試験用ヘキサン ヘキサン，生薬純度試験用 を見よ.

蒸留水，注射用 〔医薬品各条，「注射用水」ただし，蒸留して

製したもの〕

触媒用ラニーニッケル　ラニーニッケル，触媒用　を見よ．

植物油　医薬品各条の植物性脂肪油．

ジョサマイシン　$C_{42}H_{69}NO_{15}$　〔医薬品各条〕

シラスタチンアンモニウム，定量用　$C_{16}H_{29}N_3O_5S$：375.48　白色の結晶性の粉末．

水分〈2.48〉　0.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.5 % 以下（1.0 g）．

類縁物質　本品 40 mg を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．別に水 20 μL につき，同様に操作する．試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液のクロマトグラムについて，水及びベースラインの変動によるピーク面積を補正するとき，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 1/6 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm　の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（7：3）

移動相 B：薄めたリン酸（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	15 → 100	85 → 0
30 ～ 40	100	0

流量：毎分 2.0 mL

面積測定範囲：40 分

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 30 mL とする．この液 20 μL から得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 2.3 ～ 4.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約 20 分であり，またシラスタチンの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上及び 2.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

残留溶媒　本品約 1 g を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にエタノール（99.5）約 0.10 g を精密に量り，水を加えて正確に 100 ml とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のエタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し，次式によりエタノール（C_2H_5OH）の量を求めるとき，0.5 % 以下である．

$$\text{エタノール（}C_2H_5OH\text{）の量（\%）} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

W_S：エタノール（99.5）の秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.5 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサンを厚さ 5 μm で被覆する．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度で注入し，150 秒間保った後，70 ℃ になるまで毎分 8 ℃ の割合で昇温し，70 ℃ 付近の一定温度に 30 秒間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：エタノールの保持時間が約 1 分になるように調整する．

スプリット比：5：1

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 μL から得たエタノールのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のエタノールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，エタノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上及び 3.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エタノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

含量　換算した脱水及び脱エタノール物に対し，シラスタチンアンモニウム（$C_{16}H_{29}N_3O_5S$）99.0 % 以上．　定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，メタノール 30 mL に溶かし，水 5 mL を加える．この液に 0.1 mol/L 塩酸を加え，pH 3.0 に調整し，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第 2 変曲点とし，第 1 変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

＝　37.55 mg $C_{16}H_{29}N_3O_5S$

シリカゲル　無定形の一部水加性のケイ酸で，不定形ガラス状顆粒である．乾燥剤用として水分吸着によって変色する変色料を含ませたものもある．110 ℃ で乾燥して元の色に戻す．

強熱減量〈2.43〉　6 % 以下（2 g，950 ± 50 ℃）．

水分吸着能　31 % 以上．本品約 10 g を精密に量り，比重 1.19 の硫酸で湿度を 80 % とした容器内に 24 時間放置した後，質量を量り，試料に対する増量を求める．

シリコーン樹脂 シリコン樹脂 を見よ．

シリコン樹脂 淡灰色半澄明の粘性の液又はペースト状の物質で，においはほとんどない．

屈折率及び粘度 本品 15 g をソックスレー抽出器に入れ，四塩化炭素 150 mL で 3 時間抽出し，抽出液を水浴上で蒸発して得た液体の動粘度は 100 ～ 1100 mm^2/s（25 ℃），屈折率は 1.400 ～ 1.410（25 ℃）である．

比重〈*2.56*〉 0.98 ～ 1.02

乾燥減量〈*2.41*〉 屈折率及び粘度の項の抽出残留物につき 0.45 ～ 2.25 g（100 ℃，1 時間）．

シリコーン油 シリコン油 を見よ．

シリコン油 無色澄明の液で，においはない．

粘度〈*2.53*〉 50 ～ 100 mm^2/s

ジルコニル・アリザリン S 試液 ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 を見よ．

ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 硝酸ジルコニル二水和物 0.2 g を希塩酸 5 mL に溶かし，アリザリンレッド S 試液 10 mL を加え，更に水を加えて 30 mL とする．

シンコニジン $C_{19}H_{22}N_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．本品のエタノール（95）溶液（1 → 100）は左旋性である．融点：約 207 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.72 mg $C_{19}H_{22}N_2O$

シンコニン $C_{19}H_{22}N_2O$ 白色の結晶又は粉末である．

確認試験 本品 1 g を塩酸溶液（1 → 4）20 mL に溶かし，ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，加熱すると溶け，放冷すると，結晶を析出する．

純度試験 シンコニジン及びキニーネ 本品 1 g に水 30 mL を加えた後，塩酸溶液（2 → 3）を溶けるまで滴加した後，アンモニア試液で中和する．この液に酒石酸ナトリウム二水和物溶液（1 → 2）10 mL を加え，煮沸した後，1 時間放置するとき，沈殿を認めない．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.72 mg $C_{19}H_{22}N_2O$

ジンコン $C_{20}H_{16}N_4O_6S$ 〔K 9517，特級〕

ジンコン試液 ジンコン 0.1 g を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 C_9H_8O 無色～淡黄色の液体で，特異な芳香がある．メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（285 nm）：1679 ～ 1943（5 mg，メタノール，2000 mL）．

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 1 μL につき，「葛根湯エキス」の確認試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

水銀 Hg 〔K 8572，特級〕

水酸化カリウム KOH 〔K 8574，特級〕

水酸化カリウム・エタノール試液 水酸化カリウム 10 g をエタノール（95）に溶かし，100 mL とする．用時製する．

水酸化カリウム・エタノール試液，0.1 mol/L 希水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL にエタノール（95）を加えて 5 mL とする．用時製する．

水酸化カリウム・エタノール試液，希 水酸化カリウム 35 g を水 20 mL に溶かし，エタノール（95）を加えて 1000 mL とする（0.5 mol/L）．密栓して保存する．

水酸化カリウム試液 水酸化カリウム 6.5 g を水に溶かし，100 mL とする（1 mol/L）．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化カリウム試液，0.02 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL に水を加えて 100 mL とする．用時製する．

水酸化カリウム試液，0.05 mol/L 水酸化カリウム試液 5 mL に水を加えて 100 mL とする．用時製する．

水酸化カリウム試液，8 mol/L 水酸化カリウム 52 g を水に溶かし，100 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化カルシウム $Ca(OH)_2$ 〔K 8575，特級〕

水酸化カルシウム，pH 測定用 水酸化カルシウムを pH 測定用に調製したもの．

水酸化カルシウム試液 水酸化カルシウム 3 g に冷蒸留水 1000 mL を加え，1 時間時々強く振り混ぜた後に静置し，用時，上澄液を用いる（0.04 mol/L）．

水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定法〈*2.54*〉 を見よ．

水酸化第二銅 水酸化銅（Ⅱ） を見よ．

水酸化銅（Ⅱ） $Cu(OH)_2$ 淡青色の粉末で水にほとんど溶けない．

含量 $Cu(OH)_2$ として 95.0 % 以上． 定量法 本品約 0.6 g を精密に量り，塩酸 3 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 500 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 75 mL，塩化アンモニウム溶液（3 → 50）10 mL，薄めたアンモニア水（28）（1 → 10）3 mL 及びムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は，液の色が黄緑色から赤紫色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 0.9756 mg $Cu(OH)_2$

水酸化ナトリウム NaOH 〔K 8576，特級〕

水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム 4.3 g を水に溶かし，100 mL とする（1 mol/L）．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に水を加えて 1000 mL とする．用時製する．

水酸化ナトリウム試液，0.05 mol/L 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に水を加え，100 mL とする．

水酸化ナトリウム試液，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム 8.0 g

に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし，1000 mL とする．用時製する．

水酸化ナトリウム試液，0.5 mol/L　水酸化ナトリウム 22 g を水に溶かし，1000 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，2 mol/L　水酸化ナトリウム 86 g を水に溶かし，1000 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，4 mol/L　水酸化ナトリウム 168 g を水に溶かし，1000 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，6 mol/L　水酸化ナトリウム 252 g を水に溶かし，1000 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，8 mol/L　水酸化ナトリウム 336 g を水に溶かし，1000 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

水酸化ナトリウム試液，希　水酸化ナトリウム 4.3 g を新たに煮沸して冷却した水に溶かし，1000 mL とする．用時製する（0.1 mol/L）．

水酸化ナトリウム・ジオキサン試液　水酸化ナトリウム 0.80 g を 1,4-ジオキサン・水混液（3：1）に溶かし，100 mL とする．

水酸化ナトリウム・メタノール試液　水酸化ナトリウム 4 g にメタノールを加えてよく振り混ぜて 100 mL とする．これを遠心分離して得た上澄液 50 mL をとり，メタノールを加えて 500 mL とする．用時製する．

水酸化バリウム　水酸化バリウム八水和物　を見よ．

水酸化バリウム試液　水酸化バリウム八水和物を新たに煮沸して冷却した水に飽和する．用時製する（0.25 mol/L）．

水酸化バリウム八水和物　$Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ 〔K 8577，特級〕　密栓して保存する．

水素　H_2 〔K 0512，標準物質，3 級〕99.99 % 以上．

水素化ホウ素ナトリウム　$NaBH_4$　白色～灰白色の結晶，粉末又は塊である．本品は水に溶けやすい．

含量　95 % 以上．　定量法　本品 0.25 g を精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液（3 → 10）20 mL に溶かし，水を加えて正確に 500 mL にする．その 20 mL を正確に量り，共通すり合わせヨウ素フラスコに入れ，氷冷する．ヨウ素試液 40 mL を正確に加え，10 分間暗所に放置後，薄めた硫酸（1 → 6）10 mL を正確に加えて，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で逆滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム 1 mL
= 0.4729 mg $NaBH_4$

水分測定用イミダゾール　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用エチレングリコール　エチレングリコール，水分測定用　を見よ．

水分測定用塩化カルシウム　塩化カルシウム，水分測定用　を見よ．

水分測定用クロロホルム　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用試液　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用炭酸プロピレン　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用ピリジン　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用ホルムアミド　ホルムアミド，水分測定用　を見よ．

水分測定用メタノール　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

水分測定用 2-メチルアミノピリジン　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{16}H_{22}O_{10}$　白色の粉末で，ほとんど味はない．

融点〈2.60〉　113 ～ 114 ℃

純度試験　類縁物質　本品 2.0 mg をエタノール（95）に溶かし，正確に 1 mL とした液 20 μL につき，「センブリ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

スズ　Sn 〔K 8580，すず，特級〕

ズダンⅢ　$C_{22}H_{16}N_4O$　赤褐色の粉末で，酢酸（100）又はクロロホルムに溶け，水，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けない．

融点〈2.60〉　170 ～ 190 ℃

ズダンⅢ試液　ズダンⅢ　0.01 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，ろ過し，ろ液にグリセリン 5 mL を加える．用時製する．

スチレン　C_8H_8　無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉　0.902 ～ 0.910

純度試験　本品 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりスチレンの量を求めるとき，99 % 以上である．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

試料気化室温度：150 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：スチレンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：スチレンの保持時間の約 2 倍の範囲

***p*-スチレンスルホン酸ナトリウム**　$C_8H_7NaO_3S$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は薄めたエタノール（1 → 2）より再結晶した後，減圧乾燥する．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1236 cm^{-1}，1192 cm^{-1}，1136 cm^{-1}，1052 cm^{-1}，844 cm^{-1} 及び 688 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験　本品の水溶液（1 → 1000）10 μL につき，「パニペネム」の定量法を準用して試験を行うとき，パニペネムの測定を妨害するピークを認めない．

ステアリルアルコール　〔医薬品各条〕

ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_{18}H_{36}O_2$ 〔K

8585，ステアリン酸，特級〕

スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用　$C_8H_{10}NNaO_5S$　白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数 1780 cm^{-1}，1600 cm^{-1}，1410 cm^{-1}，1400 cm^{-1}，1320 cm^{-1}，2500 cm^{-1}，1200 cm^{-1} 及び 1130 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

水分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.5 g）．

含量　換算した脱水物 1 mg 当たり 875 μg（力価）以上を含む．　定量法　本品及びスルバクタム標準品約 0.10 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スルバクタム（$C_8H_{11}NO_5S$）の量〔μg(力価)〕

$$= W_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

W_S：スルバクタム標準品の秤取量〔mg(力価)〕

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（7 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.005 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 750 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 250 mL を加える．

流量：スルバクタムの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム　スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用　を見よ．

スルピリド，定量用　$C_{15}H_{23}N_3O_4S$〔医薬品各条，「スルピリド」ただし，乾燥したものを定量するとき，スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）99.0 % 以上を含むもの〕

スルピリン　$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$〔医薬品各条，「スルピリン水和物」〕

スルピリン，定量用　$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$〔医薬品各条，「スルピリン水和物」ただし，換算した乾燥物に対し，スルピリン（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$）99.0 % 以上を含むもの〕

スルファチアゾール　$C_9H_9N_3O_3S_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 200 ～ 204 ℃

スルファニルアミド　$H_2NC_6H_4SO_2NH_2$〔K 9066，特級〕

スルファニルアミド，ジアゾ化滴定用　$H_2NC_6H_4SO_2NH_2$〔K 9066，ジアゾ化滴定用〕

スルファニル酸　$H_2NC_6H_4SO_3H$〔K 8586，特級〕

スルファミン酸（標準試薬）　アミド硫酸（標準試薬）　を見よ．

スルファミン酸アンモニウム　アミド硫酸アンモニウム　を見よ．

スルファミン酸アンモニウム試液　アミド硫酸アンモニウム試液　を見よ．

スルホサリチル酸　5–スルホサリチル酸二水和物　を見よ．

スルホサリチル酸試液　5–スルホサリチル酸二水和物 5 g を水に溶かし，100 mL とする．

5–スルホサリチル酸二水和物　$C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$〔K 8589，特級〕

精製塩酸　塩酸，精製　を見よ．

精製水〔医薬品各条〕

精製水，アンモニウム試験用　精製水 1500 mL に注意しながら硫酸 4.5 mL を加え，硬質ガラス製蒸留器を用いて蒸留し，初留を十分に除き，後の留液をアンモニウム不含の精製水とする．

純度試験　本品 40 mL をとり，フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）ナトリウム試液 6.0 mL を加えて混和する．次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 4.0 mL を加えて混和した後，60 分間放置した液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 640 nm における吸光度は 0.010 以下である．

精製水，滅菌〔医薬品各条〕

精製メタノール　メタノール，精製　を見よ．

精製硫酸　硫酸，精製　を見よ．

成分含量測定用アルブチン　アルブチン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用塩酸エメチン　塩酸エメチン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用カプサイシン　カプサイシン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム　カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用（*E*）–ケイ皮酸　（*E*）－ケイ皮酸，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用ゲニポシド　ゲニポシド，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用サイコサポニン a　サイコサポニン a，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用サイコサポニン b_2　サイコサポニン b_2，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用サイコサポニン d　サイコサポニン d，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用シノブファギン　シノブファギン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン　硝酸デヒドロコリダリン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用センノシド A　センノシド A，成分含量測定

用　を見よ．

成分含量測定用センノシド B　センノシド B，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用バルバロイン　バルバロイン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用ブファリン　ブファリン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用ペオノール　ペオノール，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用ヘスペリジン　ヘスペリジン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用マグノロール　マグノロール，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用リンコフィリン　リンコフィリン，成分含量測定用　を見よ．

成分含量測定用レジブフォゲニン　レジブフォゲニン，成分含量測定用　を見よ．

精油　医薬品各条中の精油．

西洋ワサビペルオキシダーゼ　西洋ワサビに由来する分子量約 40000 の酸化酵素．

生理食塩液　〔医薬品各条〕

赤外吸収スペクトル用塩化カリウム　塩化カリウム，赤外吸収スペクトル用　を見よ．

赤外吸収スペクトル用臭化カリウム　臭化カリウム，赤外吸収スペクトル用　を見よ．

石油エーテル　〔K 8593，特級〕

石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物（L），ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

石油ベンジン　〔K 8594，特級〕

赤リン　P　暗赤色の粉末で，においはない．

本品は二硫化炭素又は水にほとんど溶けない．

純度試験　遊離リン酸　本品 5 g に塩化ナトリウム溶液（1 → 5）10 mL を加え，かき混ぜる．この液に塩化ナトリウム溶液（1 → 5）50 mL を加えて，1 時間放置した後，ろ過する．残留物につき，塩化ナトリウム溶液（1 → 5）10 mL ずつを用いて 3 回洗い，洗液はろ液に合わせる．この液につき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 4.90 mg H_3PO_4

セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液　ウシ血清アルブミン試液，セクレチン標準品用　を見よ．

セクレチン用ウシ血清アルブミン試液　ウシ血清アルブミン試液，セレクチン用　を見よ．

セスキオレイン酸ソルビタン　〔医薬品各条，「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」〕

セタノール　〔医薬品各条〕

石灰乳　酸化カルシウム 10 g を乳鉢にとり，水 40 mL をすり混ぜながら徐々に加えて製する．

赤血球浮遊液，A 型　A 型赤血球浮遊液　を見よ．

赤血球浮遊液，B 型　B 型赤血球浮遊液　を見よ．

セトリミド　$C_{17}H_{38}BrN$　本品は白色～微黄白色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

純度試験　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は澄明である．

含量　96.0 % 以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，クロロホルム 25 mL，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 20）10 mL を加え，よく振り混ぜた後静置し，クロロホルム層を除く．更にクロロホルム 10 mL ずつで 3 回洗い，水層を分取し，塩酸 40 mL を加える．冷後，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液を液の濃褐色がほとんど消えるまで滴加した後，クロロホルム 2 mL を加え，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分間以内に再び赤紫色が現れないときとする．別に水 20 mL，ヨウ化カリウム溶液（1 → 20）10 mL 及び塩酸 40 mL をとり，空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 33.64 mg $C_{17}H_{38}BrN$

セファトリジンプロピレングリコール　$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$　〔医薬品各条〕

セファドロキシル　$C_{16}H_{17}N_3O_5S$　〔医薬品各条〕

セフォセリス 3-エン異性体　$C_{19}H_{22}N_8O_6S_2$　白色～帯黄白色の粉末である．60 ℃ で 3 時間減圧乾燥した後，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により吸収スペクトルの測定を行うとき，波数 3299 cm^{-1}, 1768 cm^{-1}, 1618 cm^{-1}, 1520 cm^{-1} 及び 865 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

含量　90 % 以上．　定量法　本品約 2.5 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 5 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，「セフォセリス硫酸塩」の定量法を準用して試験を行う．試料溶液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定し，全ピークの合計面積に対するセフォセリス 3-エン異性体のピーク面積の割合を求める．

セフジニルラクタム環開裂ラクトン　$C_{14}H_{15}N_5O_6S_2$　白色～黄色の粉末で，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法で吸収スペクトルを測定するとき，波数 1743 cm^{-1}, 1330 cm^{-1}, 1163 cm^{-1} 及び 1047 cm^{-1} 付近に吸収を認める．本品は 4 種のジアステレオマーの混合物である．

含量　90 % 以上．　定量法　本品約 5 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 5 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，「セフジニル」の純度試験（2）の試験条件を準用して試験を行う．試料溶液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定し，全ピークの合計面積に対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンの 4 種のピークの合計面積の割合を求める．

ゼラチン　〔医薬品各条〕

ゼラチン，酸処理　〔医薬品各条，「ゼラチン」ただし，等電点が pH 7.0 ～ 9.0 のもの〕

ゼラチン試液　ゼラチン 1 g を水 50 mL に静かに加熱しながら溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

ゼラチン製ペプトン　ペプトン，ゼラチン製　を見よ．

ゼラチン・トリス緩衝液　2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.06 g 及び塩化ナトリウム 2.22 g を水

700 mL に溶かす．別に酸処理ゼラチン 10 g を水 200 mL に加温して溶かす．冷後，両液を合わせ，希塩酸を加えて pH を 8.8 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

ゼラチン・トリス緩衝液，pH 8.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 40 g 及び塩化ナトリウム 5.4 g を水 500 mL に溶かす．この液にゼラチン 1.2 g を加温して溶かし，冷後，希塩酸を加えて pH を 8.0 に調整し，更に水を加えて 600 mL とする．

ゼラチン・リン酸塩緩衝液 リン酸二水素カリウム 13.6 g，リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g 及びアジ化ナトリウム 1.0 g を水に溶かし，1000 mL とし，薄めたリン酸（1 → 75）を加えて pH を 3.0 に調整し，A 液とする．酸処理ゼラチン 5.0 g を A 液 400 mL に加温して溶かし，冷後，薄めたリン酸（1 → 75）を加えて pH を 3.0 に調整し，更に A 液を加えて 1000 mL とする．

ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH 7.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.15 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.96 g 及び塩化ナトリウム 5.4 g を水 500 mL に溶かす．この液にゼラチン 1.2 g を加温して溶かし，冷後，水を加えて 600 mL とする．

ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH 7.4 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 39.50 mL 及び水 50 mL を加える．この液にゼラチン 0.2 g を加温して溶かし，冷後，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.4 に調整し，更に水を加えて 200 mL とする．

セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 トリクロロ酢酸試液，セラペプターゼ用 を見よ．

L-セリン $C_3H_7NO_3$ 〔K 9105，特級〕

セルモロイキン，液体クロマトグラフィー用 $C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$ 〔医薬品各条，「セルモロイキン（遺伝子組換え）」ただし，1 mL 当たり 0.5 ～ 1.5 mg のたん白質を含み，重合体は 0.5 % 以下で，次の試験に適合するもの〕

確認試験

（1） エドマン法と液体クロマトグラフィーを用いてアミノ酸配列を調べるとき，アラニン，プロリン，トレオニン，セリン，セリン，セリン，トレオニン，リジン，リジン，トレオニン，グルタミン，ロイシン，グルタミン，ロイシン，グルタミン酸の順に検出される．また，本品を総たん白質含量試験の結果に従い，総たん白質として約 0.3 mg に対応する量を加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，アミノ酸分析用無水ヒドラジン 100 μL を加える．加水分解管内部を減圧にして，約 100 ℃ で 6 時間加熱する．減圧で蒸発乾固した後，残留物を水 250 μL に溶かす．この液に，ベンズアルデヒド 200 μL を加え，時々振り混ぜ，1 時間放置した後，遠心分離し，水層を分取する．ベンズアルデヒド層に水 250 μL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，水層は先の水層に合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物を 0.02 mol/L 塩酸試液 100 μL に溶かした液につき，ニンヒドリンによるポストカラム法によりアミノ酸分析を行うとき，トレオニンが検出される．

（2） 本品 1 mL に，たん白質消化酵素試液 1 mL を加えて振り混ぜ，37 ℃ で 18 ～ 24 時間放置する．この溶液を 1 mL ずつ 2 分し，一方にはトリフルオロ酢酸溶液（1 → 10） 25 μL を加える．他方には，2-メルカプトエタノール 10 μL を加えて，更に，37 ℃ で 30 分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液（1 → 10） 25 μL を加える．この 2 液につき，別々に「セルモロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（4）の条件で液体クロマトグラフィーを行い，溶出する本品由来のピーク画分（ペプチドフラグメント）を繰り返して分取した液につき，それぞれ「セルモロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（2）により試験を行うとき，アミノ末端アミノ酸から 9 番目と 49 番目のリジンを除く全一次構造から推定されるペプチドが検出される．

セルモロイキン用緩衝液 緩衝液，セルモロイキン用 を見よ．

セルモロイキン用基質緩衝液 基質緩衝液，セルモロイキン用 を見よ．

セルモロイキン用濃縮ゲル 濃縮ゲル，セルモロイキン用 を見よ．

セルモロイキン用培養液 培養液，セルモロイキン用 を見よ．

セルモロイキン用分離ゲル 分離ゲル，セルモロイキン用 を見よ．

セレン Se 〔K 8598，特級〕

前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用 を見よ．

前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用 を見よ．

センノシド A，成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用センノシド A．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$（270 nm）：211 ～ 226〔10 mg，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100），500 mL〕．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V））で 12 時間以上乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセンノシド A 以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のセンノシド A のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，「センナ」の定量法の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たセンノシド A のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たセンノシド A のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセンノシド A の保持時間の約 3 倍の範囲

センノシド A，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{38}O_{20}$ 黄色

の結晶性粉末で，水，クロロホルム又はジエチルエーテルに溶けない．メタノール又はアセトンにほとんど溶けない．融点：200 ～ 240 ℃（分解）．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をとり，テトラヒドロフラン/水混液（7：3）4 mL を正確に加えて溶かした液 80 μL につき，「ダイオウ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

センノシド B，成分含量測定用　$C_{42}H_{38}O_{20}$　黄色の結晶性粉末で，水又はジエチルエーテルに溶けにくく，メタノール又はアセトンにほとんど溶けない．融点：約 183 ℃（分解）．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（270 nm）：210 ～ 225〔10 mg，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100），500 mL〕

ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V））で 12 時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品 1.0 mg をとり，テトラヒドロフラン/水混液（7：3）4 mL を正確に加えて溶かした液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．この液 80 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水/ギ酸混液（7：7：4：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

（2）　本品 5.0 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセンノシド B 以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のセンノシド B のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，「センナ」の定量法の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たセンノシド B のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たセンノシド B のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，センノシド B の保持時間の約 4 倍の範囲

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　無菌試験法〈4.06〉ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　を見よ．

ソーダ石灰　〔K 8603，二酸化炭素吸収用〕

D-ソルビトール　$C_6H_{14}O_6$　〔医薬品各条〕

D-ソルビトール，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

第三アミルアルコール　*t*-アミルアルコール　を見よ．

第三ブタノール　*t*-ブチルアルコール　を見よ．

第 Xa 因子　ウシ血漿から調製された第 Xa 因子を凍結乾燥したもので，白色～微黄色の塊又は粉末である．

溶状　本品 7 ln*kat*$_{s\text{-}2222}$ をとり，水 10 mL を加えて溶かすとき，無色～微黄色澄明を示す．

含量　表示量の 75 ～ 125 %

第 Xa 因子試液　第 Xa 因子 7 ln*kat*$_{s\text{-}2222}$ を水 10 mL に溶かす．

ダイズ製ペプトン　ペプトン，ダイズ製　を見よ．

ダイズ油　〔医薬品各条〕

大腸菌由来たん白質　セルモロイキンの遺伝子を欠くプラスミドを保持する大腸菌菌体（*E.coli* N4830/pTB281）を，セルモロイキン精製工程に従って，①抽出，②ブチル化ビニルポリマー系疎水性カラムクロマトグラフィー，③カルボキシメチル化ビニルポリマー系イオン交換クロマトグラフィー，④スルホプロピル化ポリマー系イオン交換クロマトグラフィーの順に操作し，④の工程でセルモロイキン溶出位置に相当する画分を集める．④の工程で得られた画分を pH 5.0 の 0.01 mol/L 酢酸塩緩衝液に対して透析して得られた透析内液．

性状　無色澄明の液．

確認試験　紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 nm 付近に吸収の極大を示す．

たん白質含量　「セルモロイキン（遺伝子組換え）」の定量法（1）総たん白質含量により，たん白質含量を求めるとき，1 mL 当たりのたん白質含量は 0.1 ～ 0.5 mg である．

大腸菌由来たん白質原液　テセロイキン遺伝子を欠失させたプラスミドを導入して，テセロイキン産生能以外はテセロイキン産生用大腸菌と全く同じ機能を持たせた大腸菌を培養し，テセロイキンの精製より簡略化された精製法により得られる大腸菌由来のたん白質の溶液．ウシ血清アルブミンを標準にして，ブラッドフォード法によりたん白質量を求める．−70 ℃ で遮光して保存する．

第二ブタノール　2-ブタノール　を見よ．

タウリン　$H_2NCH_2CH_2SO_3H$　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

含量　95.0 % 以上．　定量法　本品約 0.2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，ホルムアルデヒド液 5 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 12.52 mg $C_2H_7NO_3S$

脱色フクシン試液　フクシン 1 g を水 100 mL に加え，約 50 ℃ に加温し，時々振り混ぜながら冷却する．この液を 48 時間放置し，振り混ぜてろ過する．ろ液 4 mL に塩酸 6 mL 及び水を加えて 100 mL とする．少なくとも 1 時間放置した後使用する．用時製する．

多硫化アンモニウム試液　$(NH_4)_2S_n$　〔K 8943，硫化アンモニウム溶液（黄色），1 級〕

タルク　〔医薬品各条〕

タングステン酸ナトリウム　タングステン（Ⅵ）酸ナトリウム二水和物　を見よ．

タングステン（Ⅵ）酸ナトリウム二水和物　$Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$

〔K 8612，特級〕

炭酸アンモニウム 〔K 8613，特級〕

炭酸アンモニウム試液 炭酸アンモニウム 20 g にアンモニア試液 20 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．

炭酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 9.6 無水炭酸ナトリウム 3.18 g 及び炭酸水素ナトリウム 5.88 g に水を加えて溶かし，1000 mL とする．

炭酸カリウム K_2CO_3 〔K 8615，特級〕

炭酸カリウム，無水 炭酸カリウム を見よ．

炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液 炭酸カリウム 1.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.3 g を水に溶かし，100 mL とする．

炭酸カルシウム $CaCO_3$ 〔K 8617，特級〕

炭酸水素アンモニウム NH_4HCO_3 白色又は半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊でアンモニアのにおいがある．

炭酸水素カリウム $KHCO_3$ 〔K 8621，特級〕

炭酸水素ナトリウム $NaHCO_3$ 〔K 8622，特級〕

炭酸水素ナトリウム，pH 測定用 $NaHCO_3$ 〔K 8622，pH 標準液用〕

炭酸水素ナトリウム試液 炭酸水素ナトリウム 5.0 g を水に溶かし，100 mL とする．

炭酸水素ナトリウム注射液，7 % 〔医薬品各条，「炭酸水素ナトリウム注射液」ただし，表示量 7 w/v% のもの〕

炭酸脱水酵素 白色の粉末．ウシ赤血球由来．分子量約 29000.

炭酸銅 炭酸銅一水和物 を見よ．

炭酸銅一水和物 $CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2 \cdot H_2O$ 青色～青緑色の粉末で，水に溶けない．希酸に泡立って溶ける．アンモニア試液に溶け，深青色を呈する．

純度試験

（1）塩化物〈*1.03*〉 0.036 % 以下．

（2）硫酸塩〈*1.14*〉 0.120 % 以下．

（3）鉄 本品 5.0 g を過量のアンモニア試液に溶かし，ろ過する．残留物をアンモニア試液で洗い，希塩酸を加えて溶かした後，過量のアンモニア試液を加え，再びろ過する．残留物をアンモニア試液で洗い，恒量になるまで乾燥するとき，その量は 10 mg 以下である．

炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム十水和物 を見よ．

炭酸ナトリウム（標準試薬） Na_2CO_3 〔K 8005，容量分析用標準物質〕

炭酸ナトリウム，pH 測定用 Na_2CO_3 〔K 8625，pH 標準液用〕

炭酸ナトリウム，無水 Na_2CO_3 〔K 8625，炭酸ナトリウム，特級〕

炭酸ナトリウム試液 無水炭酸ナトリウム 10.5 g を水に溶かし，100 mL とする（1 mol/L）．

炭酸ナトリウム試液，0.55 mol/L 無水炭酸ナトリウム 5.83 g を水に溶かし，100 mL とする．

炭酸ナトリウム十水和物 $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ 〔K 8624，特級〕

炭酸プロピレン $C_4H_6O_3$ 無色の液体である．

沸点〈*2.57*〉 240 ～ 242 ℃

水分〈*2.48*〉 本品 1 g 中，水分は 1 mg 以下とする．

炭酸プロピレン，水分測定用 水分測定法〈*2.48*〉 を見よ．

胆汁酸塩 生薬の微生物限度試験法〈*5.02*〉 を見よ．

タンニン酸 〔医薬品各条〕

タンニン酸試液 タンニン酸 1 g をエタノール（95）1 mL に溶かし，水を加えて 10 mL とする．用時製する．

タンニン酸ジフェンヒドラミン 〔医薬品各条〕

たん白質消化酵素試液 リジルエンドペプチダーゼの pH 8.6 の 0.05 mol/L トリス緩衝液溶液（1 → 50000）．

チアントール 〔医薬品各条，「チアントール」ただし，「イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏」の確認試験（3）を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めないもの〕

3-チエニルエチルペニシリンナトリウム $C_{14}H_{15}N_2NaO_4S_2$ 白色～微黄白色の粉末である．水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

水分〈*2.48*〉 10.0 % 以下（0.2g，容量滴定法，直接滴定）．

旋光度〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：+265 ～ +290°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

含量 換算した脱水物に対して 90 % 以上． 定量法 本品約 0.1 g を精密に量り，水 35 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸試液 0.75 mL を加え，更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 8.5 に調整する．この液にペニシリン分解酵素 513000 Levy 単位に対応する量を水 25 mL に溶かし，フェノールフタレインのエタノール（95）溶液（1 → 1000）1 滴を加え，液の色がわずかに紅色を呈するまで希水酸化ナトリウム試液を加えて中和したペニシリン分解酵素液 2 mL を加え，25 ℃ で 5 分間放置する．この液を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で，pH 8.5 になるまで滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．なお，水は新たに煮沸して冷却したものを用いる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 36.24 mg $C_{14}H_{15}N_2NaO_4S_2$

チオアセトアミド C_2H_5NS 白色の結晶性の粉末又は無色の結晶で，特異なにおいがある．

水又はエタノール（99.5）に溶けやすい．融点：112 ～ 116 ℃

チオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 チオアセトアミド溶液（1 → 25）0.2 mL にグリセリン塩基性試液 1 mL を加え，水浴中で 20 分間加熱する．調製後直ちに使用する．

チオアセトアミド試液 チオアセトアミド溶液（1 → 25）0.2 mL に水酸化ナトリウム試液 15 mL，水 5 mL 及び 85 % グリセリン 20 mL の混液 1 mL を加え，水浴で 20 秒間加熱する．用時製する．

チオグリコール酸 メルカプト酢酸 を見よ．

チオグリコール酸ナトリウム $HSCH_2COONa$ 白色の粉末で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10）にアンモニア水（28）0.1 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を滴加するとき，液は暗赤紫色を呈する．

（2） 本品につき，炎色反応試験〈*1.04*〉（1）を行うとき，黄色を呈する．

純度試験 溶状 本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

チオグリコール酸培地Ⅰ，無菌試験用 液状チオグリコール酸培地 を見よ．

チオグリコール酸培地Ⅱ，無菌試験用 変法チオグリコール酸培地 を見よ．

チオシアン酸アンモニウム NH_4SCN〔K 9000，特級〕

チオシアン酸アンモニウム試液 チオシアン酸アンモニウム 8 g を水に溶かし，100 mL とする（1 mol/L）．

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 を見よ．

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 チオシアン酸アンモニウム 17.4 g 及び硝酸コバルト（Ⅱ）六水和物 2.8 g を水に溶かし，100 mL とする．

チオシアン酸カリウム KSCN〔K 9001，特級〕

チオシアン酸カリウム試液 チオシアン酸カリウム 1 g を水に溶かし，10 mL とする．

チオシアン酸第一鉄試液 チオシアン酸鉄（Ⅱ）試液 を見よ．

チオシアン酸鉄（Ⅱ）試液 水 35 mL に希硫酸 3 mL を加え，煮沸して溶存酸素を除く．この熱溶液に硫酸鉄（Ⅱ）七水和物 1 g を溶かし，冷後，チオシアン酸カリウム 0.5 g を加えて溶かす．液が微赤色を呈するときは，還元鉄を加えて脱色し，傾斜して過量の還元鉄を除き，酸素を遮って保存する．微赤色を呈したものは用いない．

チオジグリコール $S(CH_2CH_2OH)_2$〔*β*−チオジグリコール，アミノ酸自動分析用〕無色～微黄色澄明の液．

比重〈*2.56*〉 d_{20}^{20}：1.180 ～ 1.190

水分〈*2.48*〉 0.7 % 以下．

チオセミカルバジド $H_2NCSNHNH_2$〔K 8632，特級〕

チオ尿素 H_2NCSNH_2〔K 8635，特級〕

チオ尿素試液 チオ尿素 10 g を水に溶かし，100 mL とする．

チオペンタール，定量用 $C_{11}H_{18}N_2O_2S$ 「チオペンタールナトリウム」10 g に水 300 mL を加えて溶かす．この液に希塩酸 50 mL をかき混ぜながら徐々に加える．析出した結晶をろ取し，ろ液に塩化物の反応を認めなくなるまで水洗した後，風乾する．これに薄めたエタノール（3 → 5）を加え，水浴中で加熱して溶かし，放置した後，得られた結晶をろ取する．これを風乾した後，105 ℃ で 4 時間乾燥する．白色の結晶で，においはない．

融点〈*2.60*〉 159 ～ 162 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 類縁物質 本品 0.05 g をアセトニトリル 15 mL に溶かした後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，「チオペンタールナトリウム」の純度試験（4）の移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．以下「チオペンタールナトリウム」の純度試験（4）を準用する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，エタノール（99.5）5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する （電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL

= 24.23 mg $C_{11}H_{18}N_2O_2S$

チオ硫酸ナトリウム チオ硫酸ナトリウム五水和物 を見よ．

チオ硫酸ナトリウム五水和物 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$〔K 8637，特級〕

チオ硫酸ナトリウム試液 チオ硫酸ナトリウム五水和物 26 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.2 g を新たに煮沸して冷却した水に溶かし，1000 mL とする（0.1 mol/L）．

チクセツサポニンⅣ，薄層クロマトグラフィー用 $C_{47}H_{74}O_{18} \cdot nH_2O$ 白色の結晶性粉末で，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約 215 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 2 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 5 *μ*L につき，「チクセツニンジン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

チタンエロー $C_{28}H_{19}N_5Na_2O_6S_4$〔K 8639，特級〕

窒素 N_2〔医薬品各条〕

チトクロム c ウシ心筋に由来する分子量 8000 ～ 13000 の酸化酵素．

チミン $C_5H_6N_2O_2$：126.11

確認試験 本品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3030cm^{-1}，1734 cm^{-1}，1676 cm^{-1}，1446 cm^{-1} 及び 814 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 100 mL に溶かす．この液 10 mL に移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 10 *μ*L につき，「アセグルタミドアルミニウム」の純度試験（3）を準用して試験を行うとき，アセグルタミドの保持時間にピークを認めない．

チメロサール $C_9H_9HgNaO_2S$ 白色から淡黄色の結晶性の粉末で，水に溶けやすい．

融点〈*2.60*〉 107～114 ℃

チモール $CH_3C_6H_3(OH)CH(CH_3)_2$〔医薬品各条〕

チモール，定量用 $C_{10}H_{14}O$〔医薬品各条，「チモール」ただし，定量するとき，チモール（$C_{10}H_{14}O$）99.0 % 以上を含むもの〕

チモールフタレイン $C_{28}H_{30}O_4$〔K 8642，特級〕

チモールフタレイン試液 チモールフタレイン 0.1 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

チモールブルー $C_{27}H_{30}O_5S$〔K 8643，特級〕

チモールブルー試液 チモールブルー 0.1 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

チモールブルー試液，希 チモールブルー 0.05 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

チモールブルー・ジオキサン試液 チモールブルー・1,4−ジオキサン試液 を見よ．

チモールブルー・1,4−ジオキサン試液 チモールブルー 0.05 g を 1,4−ジオキサン 100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 チモールブルー・*N*,*N*−ジメチルホルムアミド試液 を見よ．

チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 チモールブルー 0.1 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 100 mL に溶かす．

注射用蒸留水 蒸留水，注射用 を見よ．

注射用水 〔医薬品各条〕

抽出用ジチゾン液 ジチゾン液，抽出用 を見よ．

中性アルミナ，4 % 含水 カラムクロマトグラフィー用中性アルミナを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その 50 g をとり，気密容器に入れ，水 2.0 mL を加え，よく振り混ぜて均質とした後，2 時間以上放置する．

中性洗剤 陰イオン系又は非イオン系の界面活性剤を含む合成の洗剤で，0.25 % 溶液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．用時，水で適当な濃度に薄める．

中和エタノール エタノール，中和 を見よ．

L-チロジン $C_9H_{11}NO_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．ギ酸に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．希塩酸又は希硝酸に溶ける．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－10.5 ～ －12.5°(乾燥後，2.5 g，1 mol/L 塩酸試液，50 mL，100 mm)．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間)．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 6 mL に溶かし，酢酸 (100) 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.12 mg $C_9H_{11}NO_3$

DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体 (Cl 型)，弱塩基性 ゲルろ過担体架橋デキストランにジエチルアミノエチル基を導入した弱塩基性陰イオン交換体．

***p*,*p*′-DDE (2,2-ビス(4-クロロフェニル)-1,1-ジクロロエチレン)** $C_{14}H_8Cl_4$

融点〈*2.60*〉 88 ～ 90 ℃

純度試験 類縁物質 *p*,*p*′-DDD の純度試験を準用する．ただし，標準溶液 (1) は，試料溶液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL になるように調製する．

***o*,*p*′-DDT (1,1,1-トリクロロ-2-(2-クロロフェニル)-2-(4-クロロフェニル)エタン)** $C_{14}H_9Cl_5$

融点〈*2.60*〉 73 ～ 75 ℃

純度試験 類縁物質 *p*,*p*′-DDD の純度試験を準用する．

***p*,*p*′-DDT (1,1,1-トリクロロ-2,2-ビス(4-クロロフェニル) エタン)** $C_{14}H_9Cl_5$

融点〈*2.60*〉 108 ～ 110 ℃

純度試験 類縁物質 *p*,*p*′-DDD の純度試験を準用する．ただし，標準溶液 (1) は，試料溶液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL になるように調製する．

***p*,*p*′-DDD (2,2-ビス(4-クロロフェニル)-1,1-ジクロロエタン)** $C_{14}H_{10}Cl_4$

融点〈*2.60*〉 108 ～ 110 ℃

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を生薬純度試験用ヘキサンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液 (1) とする．試料溶液及び標準溶液 (1) 1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の *p*,*p*′-DDD 以外のピークの合計面積は標準溶液 (1) の *p*,*p*′-DDD のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈*5.01*〉の純度試験 (2) の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液 (1) 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液 (2) とする．標準溶液 (2) 1 μL から得た *p*,*p*′-DDD のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液 (1) 1 μL から得た *p*,*p*′-DDD のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から *p*,*p*′-DDD の保持時間の約 2 倍の範囲

低分子量ヘパリン，分子量測定用 二糖単位 (分子量約 600) の分子量分布を示す低分子量ヘパリンで，分子量 600 から 10000 以上の分布を示すもの．ただし，それを対照として低分子量ヘパリン国際標準品の平均分子量を求めるとき，分子量測定用低分子量ヘパリン国際標準品を対照としたときと比較して，その差が 5 % 以内のものを用いる．

定量用アジマリン アジマリン，定量用 を見よ．

定量用アセトアルデヒド アセトアルデヒド，定量用 を見よ．

定量用アミドトリゾ酸 アミドトリゾ酸，定量用 を見よ．

定量用アラセプリル アラセプリル，定量用 を見よ．

定量用イオタラム酸 イオタラム酸，定量用 を見よ．

定量用イオポダートナトリウム イオポダートナトリウム，定量用 を見よ．

定量用イソニアジド イソニアジド，定量用 を見よ．

定量用エタクリン酸 エタクリン酸，定量用 を見よ．

定量用エチドロン酸二ナトリウム エチドロン酸二ナトリウム，定量用 を見よ．

定量用エナント酸メテノロン エナント酸メテノロン，定量用 を見よ．

定量用塩化ベンゼトニウム 塩化ベンゼトニウム，定量用 を見よ．

定量用塩酸エチレフリン 塩酸エチレフリン，定量用 を見よ．

定量用塩酸エフェドリン 塩酸エフェドリン，定量用 を見よ．

定量用塩酸オキシコドン 塩酸オキシコドン，定量用 を見よ．

定量用塩酸クロルプロマジン 塩酸クロルプロマジン，定量用 を見よ．

定量用塩酸チアラミド 塩酸チアラミド，定量用 を見よ．

定量用塩酸ドパミン 塩酸ドパミン，定量用 を見よ．

定量用塩酸トリメタジジン 塩酸トリメタジジン，定量用 を見よ．

定量用塩酸ニカルジピン 塩酸ニカルジピン，定量用 を見よ．

定量用塩酸パパベリン 塩酸パパベリン，定量用 を見よ．

定量用塩酸ヒドララジン 塩酸ヒドララジン，定量用 を見よ．

定量用塩酸ヒドロコタルニン 塩酸ヒドロコタルニン，定量用

を見よ．

定量用塩酸プロカイン　塩酸プロカイン，定量用　を見よ．

定量用塩酸プロカインアミド　塩酸プロカインアミド，定量用　を見よ．

定量用塩酸プロプラノロール　塩酸プロプラノロール，定量用　を見よ．

定量用塩酸ペチジン　塩酸ペチジン，定量用　を見よ．

定量用塩酸ベニジピン　塩酸ベニジピン，定量用　を見よ．

定量用塩酸ベラパミル　塩酸ベラパミル，定量用　を見よ．

定量用 ***dl***−塩酸メチルエフェドリン　*dl*−塩酸メチルエフェドリン，定量用　を見よ．

定量用塩酸メトホルミン　塩酸メトホルミン，定量用　を見よ．

定量用塩酸メピバカイン　塩酸メピバカイン，定量用　を見よ．

定量用塩酸モルヒネ　塩酸モルヒネ，定量用　を見よ．

定量用カイニン酸　カイニン酸，定量用　を見よ．

定量用クロルジアゼポキシド　クロルジアゼポキシド，定量用　を見よ．

定量用クロルプロパミド　クロルプロパミド，定量用　を見よ．

定量用サリチル酸　サリチル酸，定量用　を見よ．

定量用ザルトプロフェン　ザルトプロフェン，定量用　を見よ．

定量用サントニン　サントニン，定量用　を見よ．

定量用ジドロゲステロン　ジドロゲステロン，定量用　を見よ．

定量用シネオール　シネオール，定量用　を見よ．

定量用ジモルホラミン　ジモルホラミン，定量用　を見よ．

定量用臭化ジスチグミン　臭化ジスチグミン，定量用　を見よ．

定量用酒石酸メトプロロール　酒石酸メトプロロール，定量用　を見よ．

定量用酒石酸レバロルファン　酒石酸レバロルファン，定量用　を見よ．

定量用硝酸ストリキニーネ　硝酸ストリキニーネ，定量用　を見よ．

定量用硝酸ナファゾリン　硝酸ナファゾリン，定量用　を見よ．

定量用シラスタチンアンモニウム　シラスタチンアンモニウム，定量用　を見よ．

定量用スルピリド　スルピリド，定量用　を見よ．

定量用スルピリン　スルピリン，定量用　を見よ．

定量用チオペンタール　チオペンタール，定量用　を見よ．

定量用チモール　チモール，定量用　を見よ．

定量用ドキシフルリジン　ドキシフルリジン，定量用　を見よ．

定量用ニコモール　ニコモール，定量用　を見よ．

定量用ニセルゴリン　ニセルゴリン，定量用　を見よ．

定量用ニトレンジピン　ニトレンジピン，定量用　を見よ．

定量用ハロペリドール　ハロペリドール，定量用　を見よ．

定量用ヒト血清アルブミン　ヒト血清アルブミン，定量用　を見よ．

定量用ヒベンズ酸チペピジン　ヒベンズ酸チペピジン，定量用　を見よ．

定量用ファモチジン　ファモチジン，定量用　を見よ．

定量用フェノール　フェノール，定量用　を見よ．

定量用フェノールスルホンフタレイン　フェノールスルホンフタレイン，定量用　を見よ．

定量用ブフェキサマク　ブフェキサマク，定量用　を見よ．

定量用フマル酸ベンシクラン　フマル酸ベンシクラン，定量用　を見よ．

定量用プラゼパム　プラゼパム，定量用　を見よ．

定量用フルラゼパム　フルラゼパム，定量用　を見よ．

定量用プロピルチオウラシル　プロピルチオウラシル，定量用　を見よ．

定量用フロプロピオン　フロプロピオン，定量用　を見よ．

定量用ベザフィブラート　ベザフィブラート，定量用　を見よ．

定量用ボグリボース　ボグリボース，定量用　を見よ．

定量用マレイン酸ペルフェナジン　マレイン酸ペルフェナジン，定量用　を見よ．

定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン　マレイン酸メチルエルゴメトリン，定量用　を見よ．

定量用メシル酸ベタヒスチン　メシル酸ベタヒスチン，定量用　を見よ．

定量用メチルドパ　メチルドパ，定量用　を見よ．

定量用メトクロプラミド　メトクロプラミド，定量用　を見よ．

定量用メトロニダゾール　メトロニダゾール，定量用　を見よ．

定量用メフルシド　メフルシド，定量用　を見よ．

定量用 ***l***−メントール　*l*−メントール，定量用　を見よ．

定量用ヨウ化イソプロピル　ヨウ化イソプロピル，定量用　を見よ．

定量用ヨウ化カリウム　ヨウ化カリウム，定量用　を見よ．

定量用ヨウ化メチル　ヨードメタン，定量用　を見よ．

定量用ヨウ素　ヨウ素，定量用　を見よ．

定量用リシノプリル　リシノプリル，定量用　を見よ．

定量用リドカイン　リドカイン，定量用　を見よ．

定量用硫酸アトロピン　硫酸アトロピン，定量用　を見よ．

定量用硫酸ベタニジン　硫酸ベタニジン，定量用　を見よ．

定量用リン酸コデイン　リン酸コデイン，定量用　を見よ．

定量用リン酸ジヒドロコデイン　リン酸ジヒドロコデイン，定量用　を見よ．

定量用ワルファリンカリウム　ワルファリンカリウム，定量用　を見よ．

2′−デオキシウリジン，液体クロマトグラフィー用　$C_9H_{12}N_2O_5$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　162 ～ 166 ℃

純度試験　本品 3.0 mg を薄めたメタノール（1 → 25）に溶かし，50 mL とする．この液 10 μL につき，「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により 2′−デオキシウリジンの量を求めるとき 98.5 % 以上である．

含量　98.5 % 以上．　定量法　本品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，262 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

$$\text{デオキシウリジン}(C_9H_{12}N_2O_5)\text{の量(mg)} = \frac{A}{447} \times 5000$$

テオフィリン　$C_7H_8N_4O_2$　白色の粉末で，水に溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　269 ～ 274 ℃

純度試験　カフェイン，テオブロミン又はパラキサンチン

本品 0.20 g に水酸化カリウム試液 5 mL 又はアンモニア試液 5 mL を加えるとき，液はいずれも澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

1-デカンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_{21}NaO_3S$ 白色の粉末である．

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.45 g を精密に量り，水 50 mL に溶かした液をカラム（0.3 ～ 1.0 mm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）約 20 mL を内径約 1.2 cm，高さ約 25 cm のクロマトグラフィー管に注入して製したもの）に入れ，1 分間約 4 mL の速度で流す．次にカラムを水 150 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度で洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 24.43 mg $C_{10}H_{21}NaO_3S$

1-デカンスルホン酸ナトリウム試液，0.0375 mol/L 1-デカンスルホン酸ナトリウム 3.665 g を水 400 mL に溶かす．

滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用 を見よ．

テセロイキン用細胞懸濁液 細胞懸濁液，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗体 参照抗インターロイキン-2 抗体，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用試験菌移植培地 試験菌移植培地，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用試験菌移植培地斜面 試験菌移植培地斜面，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用等電点マーカー 等電点マーカー，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用発色試液 発色試液，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用普通寒天培地 普通寒天培地，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用分子量マーカー 分子量マーカー，テセロイキン用 を見よ．

テセロイキン用力価測定用培地 力価測定用培地，テセロイキン用 を見よ．

デソキシコール酸ナトリウム $C_{24}H_{39}NaO_4$ 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3400 cm^{-1}，2940 cm^{-1}，1562 cm^{-1} 及び 1408 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/メタノール/酢酸（100）混液（80：40：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに濃硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

鉄 Fe 片状，板状，粒状，線状などに成型したもの．鉄（Fe）97.7 % 以上．磁石により吸引される．

鉄試験用アスコルビン酸 L-アスコルビン酸 を見よ．

鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5，鉄試験用 を見よ．

鉄・フェノール試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物 1.054 g を水 20 mL に溶かし，硫酸 1 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，泡立ちが止むまで加熱した後，水を加えて 50 mL とする．この液 3 容量をメスフラスコにとり，冷却しながら硫酸を加えて 100 容量とし，鉄・硫酸溶液を製する．別にフェノールを再留し，初めの 10 % と，終わりの 5 % 容量を除いた留液を湿気を避けて約 2 倍容量の質量既知の乾燥共栓フラスコにとり，栓をして氷冷し，ガラス棒で表面の固まるのを防ぎながら完全に結晶させ，乾燥して質量を量る．このフラスコにフェノールの 1.13 倍質量の鉄・硫酸溶液を加え，密栓し，冷却せずに時々振り動かしてフェノールを溶かした後，激しく振り混ぜ，暗所に 16 ～ 24 時間放置する．この混液にその 23.5 % に相当する薄めた硫酸（10 → 21）を加え，よく混和し，乾燥共栓瓶に入れ，湿気を避けて暗所に保存する．この溶液は 6 箇月以内に使用する．

鉄・フェノール試液，希 鉄・フェノール試液 10 mL に水 4.5 mL を加える．用時製する．

鉄粉 Fe 光沢のない灰色～灰黒色の粉末で，磁石に吸引される．

確認試験 本品の塩酸溶液（1 → 50）1 mL を水で薄めて 15 mL とした液に，ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 テトラエチルアンモニウムヒドロキシド 〔$(C_2H_5)_4NOH$：147.26〕を 10 % 含む水溶液である．無色澄明の液で強いアンモニア臭がある．また，本品は強い塩基で，空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．

含量 10.0 ～ 11.0 % ．定量法 あらかじめ水 15 mL を入れた共栓フラスコに本品約 3 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 14.73 mg $C_8H_{21}NO$

テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

テトラクロロ金（Ⅲ）酸四水和物 $HAuCl_4 \cdot 4H_2O$ 〔K 8127，特級〕

テトラクロロ金（Ⅲ）酸試液　テトラクロロ金（Ⅲ）酸四水和物 1 g を水 35 mL に溶かす．

テトラクロロ金試液　テトラクロロ金（Ⅲ）酸試液　を見よ．

テトラサイクリン　$C_{22}H_{24}N_2O_8$　黄色～暗い黄色の結晶又は結晶性粉末で，エタノールにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

含量　本品 1 mg は 870 μg（力価）以上を含む．　定量法　「テトラサイクリン塩酸塩」の定量法を準用する．ただし，本品の量［μg(力価)］は次式により求める．

テトラサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_8$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量
［mg(力価)］

テトラヒドロキシキノン　$C_6H_4O_6$　暗青色の結晶で，光によって黄色に変わる．エタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

テトラヒドロキシキノン指示薬　テトラヒドロキシキノン 1 g に白糖 100 g を加え，均等に混和する．

テトラヒドロフラン　$CH_2(CH_2)_2CH_2O$　〔K 9705，特級〕

テトラヒドロフラン，液体クロマトグラフィー用　C_4H_8O　無色澄明の液体である．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.406 ～ 1.409

密度〈*2.56*〉（20 ℃）　0.884 ～ 0.889 g/mL

純度試験　紫外吸収物質　本品につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 240 nm，254 nm，280 nm，290 nm 及び 300 ～ 400 nm における吸光度は，それぞれ 0.35，0.20，0.05，0.02 及び 0.01 以下である．

過酸化物　K 9705 の試験法により試験を行うとき，0.01 % 以下である．

テトラヒドロフラン，ガスクロマトグラフィー用　テトラヒドロフランに硫酸鉄（Ⅱ）七水和物を加えて蒸留する．

貯法　窒素を封入し，冷暗所で保存する．

テトラフェニルホウ酸ナトリウム　$(C_6H_5)_4BNa$　〔K 9521，テトラフェニルほう酸ナトリウム，特級〕

テトラフェニルボロンカリウム試液　フタル酸水素カリウム溶液（1 → 500）50 mL に酢酸（31）1 mL を加える．この液にテトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（7 → 1000）20 mL を加えてよく振り混ぜ，1 時間放置した後，生じた沈殿洗する．沈殿の 1/3 量をとり，水100mLを加えて約50 ℃ で振り混ぜながら 5 分間加温した後，急冷し，常温で時々振り混ぜ，2 時間放置した後，ろ過する．初めのろ液 30 mL を除く．

テトラフェニルボロンナトリウム　テトラフェニルホウ酸ナトリウム　を見よ．

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド〔$(C_4H_9)_4NOH$：259.47〕を 13 g/dL 含む水溶液である．

含量　11.7 ～ 14.3 g/dL．　定量法　あらかじめ水 15 mL を入れた共栓フラスコの質量を量り，これにテトラブチルアンモニウムヒドロキシド（$(C_4H_9)_4NOH$ 約 0.3 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 25.95 mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，40 %　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド〔$(C_4H_9)_4NOH$：259.47〕を 40 g/dL 含む水溶液である．

含量　36 ～ 44 g/dL．　定量法　本品 10 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．

1 mol/L 塩酸 1 mL = 259.5 mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，0.005 mol/L　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 10 mL に水 700 mL を加え，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド〔$(C_4H_9)_4NOH$：259.47〕を 25 g/dL 含むメタノール溶液である．無色～微黄色澄明の液で，アンモニア臭がある．

含量　22.5 ～ 27.5 g/dL．　定量法　本品 15 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．

1 mol/L 塩酸 1 mL = 259.5 mg $C_{16}H_{37}NO$

10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液　テトラブチルアンモニウムヒドロキシド〔$(C_4H_9)_4NOH$：259.47〕を 10 g/dL 含むメタノール溶液である．

含量　9.0 ～ 11.0 g/dL．　定量法　あらかじめ水 20 mL を入れた共栓フラスコに本品 2 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 25.95 mg $C_{16}H_{37}NO$

テトラブロムフェノールフタレインエチルエステルカリウム塩　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウム　を見よ．

テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル試液　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液　を見よ．

テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウム　$C_{22}H_{13}O_4Br_4K$　〔K 9042，特級〕

テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液　テトラブロモフェノールフタレインエチルエステルカリウム 0.1 g を酢酸（100）に溶かし，100 mL とする．用時製する．

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド　$(CH_3)_4NOH$　通例，約 10 % の水溶液として知られている．無色澄明の液で強いアンモニア臭がある．本品はアンモニアよりその塩基度は強い．空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．10 % 水溶液を用いる．

純度試験　アンモニア及び他のアミン類　あらかじめ水約 5 mL を入れたはかり瓶にテトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$〕約 0.3 g に対応する量を正確に量り，これに 1 mol/L 塩酸をやや過量（約 4 mL）加えた後，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥した

もの（塩化テトラメチルアンモニウム）に 0.8317 を乗じて得たテトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$〕の量は，定量法で得たテトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$〕の量の ±0.2 % である．

不揮発性残分　0.02 % 以下（5 mL，105 ℃，1 時間）．

含量　表示量の 98 % 以上．　定量法　あらかじめ水 15 mL を入れた共栓フラスコの質量を量り，これにテトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$〕約 0.2 g に対応する量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 9.115 mg $C_4H_{13}NO$

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 15 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とする．

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液，pH 5.5　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 10 mL に水 990 mL を加え，薄めたリン酸（1 → 10）を用いて pH 5.5 に調整する．

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液　テトラメチルアンモニウムヒドロキシド〔$(CH_3)_4NOH$：91.15〕を 10 g/dL 含むメタノール溶液である．

含量　9.0 ～ 11.0 g/dL．　定量法　あらかじめ水 20 mL を入れた共栓フラスコに本品 2 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 9.115 mg $C_4H_{13}NO$

***N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミン**
$(CH_3)_2NCH_2CH_2N(CH_3)_2$　微黄色澄明な液体である．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.774 ～ 0.799

含量　99.0 % 以上．

テトラメチルシラン，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CH_3)_4Si$
核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

3,3′,5,5′-テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物　$C_{16}H_{22}Cl_2N_2 \cdot 2H_2O$　白色～微赤白色の結晶性粉末．

デバルダ合金　〔K 8653，特級〕

***N*-デメチルエリスロマイシン**　$C_{36}H_{65}NO_{13}$　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

***N*-デメチルロキシスロマイシン**　$C_{40}H_{74}N_2O_{15}$　白色の粉末である．

確認試験　本品のクロロホルム溶液（1 → 20）を試料溶液とし，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の溶液法により層長 0.1 mm の臭化カリウム製固定セルを用いて測定するとき，波数 3600 cm^{-1}，3520 cm^{-1}，3450 cm^{-1}，3340 cm^{-1}，1730 cm^{-1} 及び 1627 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

テルフェニル　$C_{18}H_{14}$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　208 ～ 213 ℃

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 276 ～ 280 nm に吸収の極大を示す．

***p*-テルフェニル**　テルフェニル　を見よ．

テレビン油　〔医薬品各条〕

テレフタル酸　$C_6H_4(COOH)_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

強熱残分〈2.44〉　0.3 % 以下（1 g）．

含量　95.0 % 以上．　定量法　本品約 2 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加えて溶かし，1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 83.07 mg $C_8H_6O_4$

テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_6H_4(COOH)_2$
ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

テレフタル酸ジエチル　$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$　白色～帯微褐白色の結晶又は塊である．

融点〈2.60〉　44 ～ 46 ℃

含量　99 % 以上．　定量法　本品 0.1 g をとり，メタノール 10 mL に溶かす．この液 2 μL につき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたクロマトグラムにつき自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$\text{含量} = \frac{\text{テレフタル酸ジエチルのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 4 mm，長さ 2 m のガラス管に SE-30 を 177 ～ 250 μm の シマライトW（AW，DMCS）に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス及び流量：ヘリウムを用い，毎分約 50 mL の一定量でテレフタル酸ジエチルの保持時間が 6 ～ 7 分となるように調整する．

測定範囲：溶媒のピークの後から，テレフタル酸ジエチルの保持時間の 5 倍の範囲

デンプン　〔K 8658，でんぷん，特級〕

デンプン，溶性　〔K 8659，でんぷん（溶性），特級〕

デンプン・塩化ナトリウム試液　デンプン試液に塩化ナトリウムを飽和する．調製後 5 ～ 6 日以内に用いる．

デンプン試液　デンプン 1 g を冷水 10 mL とよくすり混ぜ，これを熱湯 200 mL 中に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み，液が半透明となるまで煮沸し，放置した後，上澄液を用いる．用時製する．

でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液　バレイショデンプン試液，でんぷん消化力試験用　を見よ．

でんぷん消化力試験用フェーリング試液　フェーリング試液，でんぷん消化力試験用　を見よ．

銅　Cu　〔K 8660，特級〕

銅（標準試薬）　Cu　〔K 8005，容量分析用標準物質〕

銅エチレンジアミン試液，1 mol/L　水酸化銅（Ⅱ）100 g を 500 mL 目盛線をしるした 1000 mL 肉厚の試薬瓶に入れ，水を加えて 500 mL とする．液注入用分液漏斗，窒素導入用ガラス管及びガス排出用ガラス管をさし込んだゴム栓を試薬瓶に付ける．窒素導入管の下端の位置は試薬瓶の底から約 1.3 cm の高さになるように調節する．窒素導入管より約 14 kPa に減圧した窒素を通じ，必要ならば適当な調節器を

用いて液が穏やかに泡立つように調節し，約 3 時間試薬瓶内の空気を窒素で置換する．試薬瓶内に通じた窒素はガス排出管より排出させる．同様にして窒素を通じ，更に流水で冷却しながら，液注入用分液漏斗からエチレンジアミン試液 160 mL を徐々に加える．液注入用分液漏斗を取り外し，ゴム栓の穴をガラス棒で栓をする．更に約 10 分間窒素を通じた後，ガス排出管を取り外し，同様にゴム栓の穴をガラス棒で栓をする．試薬瓶の内部は引続き窒素で加圧状態とし，圧力が約 14 kPa の窒素雰囲気とする．試薬瓶は時々振り混ぜながら，約 16 時間放置する．必要ならばガラスろ過器を用いて減圧ろ過し，再び窒素雰囲気下で保存する．このようにして得た液の銅（Ⅱ）イオンの濃度は約 1.3 mol/L である．定量法により，この液のエチレンジアミンの濃度 X（mol/L）及び銅（Ⅱ）イオンの濃度 Y（mol/L）を求め，その各値から X は 1.96 ～ 2.04，Y は 0.98 ～ 1.02 及び X/Y は 1.96 ～ 2.04 となるように，水，水酸化銅（Ⅱ）又はエチレンジアミン試液を加え，再び同様にして定量し，試液とする．

定量法

（1） エチレンジアミン　調製した液 1 mL（V_1）を正確に量り，水 60 mL を加え，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（pH 測定法，終点 pH 約 8.4）．

$$X = \frac{N_1 a}{V_1}$$

X：調整した液中のエチレンジアミンの濃度(mol/L)
a：0.1 mol/L 塩酸の消費量（mL）
N_1：塩酸の濃度（mol/L）

（2）銅（Ⅱ）イオン　調製した液 2 mL（V_2）を正確に量り，水 20 mL，ヨウ化カリウム約 3 g 及び 2 mol/L 硫酸試液 50 mL を加え，更に 5 分間振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 3 mL 及びチオシアン酸アンモニウム溶液（1 → 5）10 mL を加え，生じた青色が脱色したときとする．

$$Y = \frac{N_2 b}{V_2}$$

Y：調製した液中の銅（Ⅱ）イオンの濃度（mol/L）
b：0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
N_2：チオ硫酸ナトリウム液の濃度（mol/L）

銅試液，アルカリ性　無水炭酸ナトリウム 2 g を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 50 mL をとり，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 100）と酒石酸カリウム溶液（1 → 50）の混液（1∶1）1 mL を加えて混和する．

銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性　水酸化ナトリウム 0.8 g を水に溶かして 100 mL とした液に，無水炭酸ナトリウム 4 g を加えて溶かし，A 液とする．硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 50） 1 mL 及び酒石酸ナトリウム二水和物溶液（1 → 25） 1 mL を混和し，B 液とする．A 液 50 mL 及び B 液 1 mL を混和する．用時製する．

等電点マーカー，テセロイキン用　チトクロム c，トリプシノーゲン，レンチルレクチン・ベーシックバンド，レンチルレクチン・ミドルバンド，レンチルレクチン・アシディックバンド，ウマミオグロビン・ベーシックバンド，ウマミオグロビン・アシディックバンド，ヒト炭酸脱水酵素 B，ウシ炭酸脱水酵素 B 及び β–ラクトグロブリン A をそれぞれ 0.02 ～ 0.05 mg ずつとり，白糖溶液（3 → 10）0.1 mL に溶かす．

導電率測定用塩化カリウム　塩化カリウム，導電率測定用　を見よ．

Cu–PAN　1–(2–ピリジルアゾ)–2–ナフトール（遊離酸）1 g 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 11.1 g を混合して製する．灰だいだい黄色，灰赤褐色又は淡灰紫色の粉末である．

吸光度　本品 0.50 g をとり，薄めた 1,4–ジオキサン（1 → 2）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 470 nm における吸光度は 0.48 以上である．

純度試験　溶状　本品 0.5 g を薄めた 1,4–ジオキサン（1 → 2）50 mL に溶かすとき，液は黄褐色澄明である．

Cu–PAN 試液　Cu–PAN 1 g を薄めた 1,4–ジオキサン（1 → 2）100 mL に溶かす．

トウモロコシ油　〔医薬品各条〕

銅溶液，アルカリ性　水酸化ナトリウム 0.8 g を水に溶かして 100 mL とし，これに無水炭酸ナトリウム 4 g を溶かし，A 液とする．硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 50）1 mL と酒石酸ナトリウム二水和物溶液（1 → 25）1 mL を混和し，B 液とする．A 液 50 mL 及び B 液 1 mL を用時混和する．

ドキシフルリジン　$C_9H_{11}FN_2O_5$　〔医薬品各条〕

ドキシフルリジン，定量用　$C_9H_{11}FN_2O_5$　〔医薬品各条，「ドキシフルリジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$） 99.5 % 以上を含むもの〕

ドコサン酸メチル　$C_{23}H_{46}O_2$　白色の板状結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　51.0 ～ 56.0 ℃

トコフェロール　$C_{29}H_{50}O_2$　〔医薬品各条〕

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム　$C_{18}H_{29}SO_3Na$　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

pH〈2.54〉：本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．ただし，窒素を通じ，かき混ぜながら 25 ℃ で測定する．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，水 20 mL 及び過酸化水素（30）2 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のイオウの定量法により試験を行う．

0.01 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL
= 1.742 mg $C_{18}H_{29}SO_3Na$

ドラーゲンドルフ試液　次硝酸ビスマス 0.85 g を酢酸（100）

10 mL 及び水 40 mL を加え，激しく振り混ぜて溶かし A 液とする．ヨウ化カリウム 8 g を水 20 mL に溶かし，B 液とする．使用直前に A 液，B 液及び酢酸（100）のそれぞれ等容量を混和して用いる．A 液及び B 液は遮光して保存する．

ドラーゲンドルフ試液，噴霧用 ドラーゲンドルフ試液の A 液及び B 液の等容量混液 4 mL に薄めた酢酸（31）（1 → 5）20 mL を加える．用時製する．

トラガント末 〔医薬品各条〕

トリアムシノロンアセトニド $C_{24}H_{31}FO_6$ 〔医薬品各条〕

トリエタノールアミン 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール を見よ．

トリエチルアミン $(C_2H_5)_3N$ 無色澄明の液で，強いアミン臭がある．メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

比重〈2.56〉 d_4^{25}：0.722 ～ 0.730

沸点〈2.57〉 89 ～ 90 ℃

トリエチルアミン緩衝液，pH 3.2 トリエチルアミン 4 mL に水 2000 mL を加え，リン酸を加えて pH を 3.2 に調整する．

トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH 5.0 トリエチルアミン 1.0 mL に水 900 mL を加え，薄めたリン酸（1 → 10）を用いて pH を 5.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

トリクロル酢酸 トリクロロ酢酸 を見よ．

トリクロロ酢酸 CCl_3COOH 〔K 8667，特級〕

トリクロロ酢酸試液 トリクロロ酢酸 1.80 g，酢酸ナトリウム三水和物 2.99 g 及び酢酸（31）1.98 g を水に溶かし，100 mL とする．

トリクロロ酢酸試液，セラペプターゼ用 トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．

トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）1 容量に pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 6 容量及び水 5 容量を加える．

1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエタン $CFCl_2CF_2Cl$ 無色，揮発性の液体である．アセトン又はジエチルエーテルと混和し，水と混和しない．

純度試験 類縁物質 本品 0.1 μL につき，「ハロタン」の純度試験（5）の操作条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品以外のピークを認めない．

トリクロロフルオロメタン CCl_3F 無色の液体又は気体である．

比重〈2.56〉 $d_4^{17.2}$：1.494

沸点〈2.57〉 23.7 ℃

トリシン $C_6H_{13}NO_5$ 白色の結晶性の粉末．融点：182 ～ 184 ℃（分解）．

トリス・塩酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 7.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1，3-プロパンジオール塩酸塩 6.35 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 1.18 g を水に溶かし，1000 mL とする．

トリス・塩酸塩緩衝液，0.2 mol/L，pH 7.4 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール塩酸塩 6.61 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.97 g を水に溶かし，250 mL とする．

トリス緩衝液，0.05 mol/L，pH 7.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.06 g を水約 750 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

トリス緩衝液，0.05 mol/L，pH 8.6 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.1 g を水 950 mL に溶かし，2 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 8.6 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

トリス緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 2.42 g を水 100 mL に溶かし，0.2 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 8.0 に調整し，水を加えて 200 mL とする．

トリス緩衝液，0.5 mol/L，pH 6.8 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6 g を水 50 mL に溶かし，2 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 6.8 に調整した後，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．

トリス緩衝液，1.5 mol/L，pH 8.8 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 18.2 g を水 75 mL に溶かし，5 mol/L 塩酸試液を加えて，pH を 8.8 に調整した後，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．

トリス緩衝液，エンドトキシン試験用 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 18.2 g をエンドトキシン試験用水 800 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL 及びエンドトキシン試験用水を加えて 1000 mL とした後，121 ℃ で 90 分間，高圧蒸気滅菌する．

トリス緩衝液，pH 7.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.3 g を水 1000 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸を加えて pH を 7.0 に調整する．

トリス緩衝液，pH 8.2 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.2 g 及びポリソルベート 20 0.5 g を水 800 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.2 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

トリス緩衝液，pH 8.4 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.1 g 及び塩化ナトリウム 10.2 g を水 800 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.4 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

トリス緩衝液，pH 9.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 36.3 g に水 1000 mL を加えて溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 9.5 に調整する．

トリス・酢酸緩衝液，pH 6.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 13.57 g 及び酢酸（100）6.73 g を水に溶かし，1000 mL とする．

トリスヒドロキシメチルアミノメタン 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール を見よ．

トリデカンスルホン酸ナトリウム $C_{13}H_{27}SO_3Na$ 白色の結晶又は粉末である．

純度試験 吸光度 本品 1.43 g を水 1000 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 230 nm 及び 254 nm における吸光度はそれぞれ 0.05 以下及び 0.01 以下である．

2,4,6-トリニトロフェノール $HOC_6H_2(NO_2)_3$ 淡黄色～黄色の湿った結晶である．本品を乾燥したものは，加熱，衝撃，

摩擦などにより爆発するおそれがあるので，安全のために水を 15 ～ 25 % 加えてある．

確認試験　本品 0.1 g に水 10 mL を加え，加温して溶かした後，1 % 硫酸銅（Ⅱ）溶液/アンモニア試液混液（5：1）12 mL を加えるとき，緑色の沈殿を生じる．

含量　99.5 % 以上．　定量法　本品をデシケーター（シリカゲル）中で 24 時間乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 22.91 mg　$HOC_6H_2(NO_2)_3$

2,4,6–トリニトロフェノール・エタノール試液　2,4,6–トリニトロフェノール 1.8 g を薄めたエタノール（9 → 10）50 mL 及び水 30 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

2,4,6–トリニトロフェノール試液　2,4,6–トリニトロフェノール 1 g を熱湯 100 mL に溶かし，冷却し，必要ならばろ過する．

2,4,6–トリニトロフェノール試液，アルカリ性　2,4,6–トリニトロフェノール試液 20 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 20）10 mL を混和し，水を加えて 100 mL とする．調製後 2 日以内に使用する．

2,4,6–トリニトロベンゼンスルホン酸
$C_6H_2(NO_2)_3SO_3H \cdot 2H_2O$　微黄色～淡黄色の粉末である．

水分〈2.48〉　11 ～ 15 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

含量　換算した脱水物に対し 98 % 以上．　定量法　本品約 0.3 g を精密に量り，水/エタノール（99.5）混液（1：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 29.32 mg　$C_6H_2(NO_2)_3SO_3H$

トリフェニルクロルメタン　トリフェニルクロロメタン　を見よ．

トリフェニルクロロメタン　$(C_6H_5)_3CCl$　白色～灰白色若しくは帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　107 ～ 115 ℃

2,3,5–トリフェニル–2*H*–テトラゾリウム塩酸塩　$C_{19}H_{15}ClN_4$　〔K 8214，塩化 2,3,5–トリフェニル–2*H*–テトラゾリウム，特級〕

2,3,5–トリフェニル–2*H*–テトラゾリウム塩酸塩試液　2,3,5–トリフェニル–2*H*–テトラゾリウム塩酸塩 0.25 g をエタノール（99.5）に溶かし，100 mL とする．用時製する．

トリプシン，液体クロマトグラフィー用　ウシ膵臓より製し，下記の反応系において，液体クロマトグラフィー用トリプシン 1 部はカゼイン 250 部を分解する．

カゼイン溶液　乳製カゼイン 0.1 g に水 30 mL を加え，よく分散させた後，薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 10）1.0 mL を加えて溶かし，更に水を加えて全量を 50 mL とする．用時製する．

試料溶液　本品 0.01 g を水 500 mL に溶かす．

操作法　カゼイン溶液 5 mL に試料溶液 2 mL 及び水 3 mL を加えて混和し，40 ℃ に 1 時間放置した後，エタノール（95）/水/酢酸（100）混液（10：9：1）3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

トリプシンインヒビター　大豆より精製し，1 mg はトリプシン 10000 ～ 30000 BAEE 単位を阻害する．ただし，1 BAEE 単位とは *N*–*α*–ベンゾイル–L–アルギニンエチルを基質とし，pH 7.6，25 ℃，液量 3.2 mL で反応させるとき，1 分間に波長 253 nm における吸光度差 0.001 を示すトリプシン活性をいう．

トリプシンインヒビター試液　トリプシンインヒビター 5 mg を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，10 mL とする．

トリプシン試液，ウリナスタチン試験用　ウリナスタチン定量用結晶トリプシンを 1 mmol/L の塩化カルシウム二水和物を含む氷冷した 1 mmol/L 塩酸試液に溶かし，その 1 mL 中に 180 *μg* を含むように調製する．用時調製し，氷冷して保存する．

トリプシン試液，エルカトニン試験用　液体クロマトグラフィー用トリプシン 5 mg に炭酸水素アンモニウム溶液（1 → 100）20 mL を加えて溶かす．用時製する．

L–トリプトファン　$C_{11}H_{12}N_2O_2$　〔医薬品各条〕

トリフルオロ酢酸　CF_3COOH　無色澄明の液体で，強い刺激性のにおいがあり，水とよく混和する．

沸点〈2.57〉　72 ～ 73 ℃

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.535

トリフルオロ酢酸，核磁気共鳴スペクトル測定用
CF_3COOH　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

トリフルオロ酢酸試液　トリフルオロ酢酸 1 mL を水に溶かし，1000 mL とする．

トリメチルシリルイミダゾール　$C_6H_{12}N_2Si$　無色～微黄色の澄明な液である．

屈折率　n_D^{20}：1.4744 ～ 1.4764

3–トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CH_3)_3SiCH_2CH_2CH_2SO_3Na$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

3–トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム–d_4，核磁気共鳴スペクトル測定用　$(CH_3)_3SiCD_2CD_2COONa$　核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの．

トルイジンブルー　トルイジンブルー O　を見よ．

トルイジンブルー O　$C_{15}H_{16}ClN_3S$　暗緑色の粉末で，水にやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）は青色～紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 200）は青色を呈する．

（3）　水溶液の吸収スペクトルを測定するとき，波長 630 nm 付近に吸収の極大を示す．

***o*–トルイル酸**　$C_8H_8O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　102 ～ 105 ℃

含量　98.0 % 以上．

トルエン　$C_6H_5CH_3$　〔K 8680，特級〕

***o*–トルエンスルホンアミド**　$C_7H_9NO_2S$　無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点〈2.60〉 157 ～ 160 ℃

純度試験 *p*-トルエンスルホンアミド 本品の酢酸エチル溶液（1 → 5000）を試料溶液とする．この液 10 μL につき，「サッカリンナトリウム水和物」の純度試験（6）の操作条件に従い，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品以外のピークを認めない．ただし，流量は *o*-トルエンスルホンアミドの保持時間が約 10 分になるように調整し，検出感度は試料溶液 10 μL から得た *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する．また，ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から *o*-トルエンスルホンアミドの保持時間の約 2 倍の範囲とする．

水分〈2.48〉 0.5 % 以下（4 g，溶媒には水分測定用メタノール 25 mL 及び水分測定用ピリジン 5 mL を用いる）．

含量 換算した脱水物に対し，98.5 % 以上． 定量法 本品約 25 mg を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 1.712 mg $C_7H_9NO_2S$

***p*-トルエンスルホンアミド** $CH_3C_6H_4SO_2NH_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約 137 ℃

純度試験 類縁物質 本品 30 mg をアセトンに溶かし，正確に 200 mL とした液 10 μL につき，「トラザミド」の純度試験（3）を準用して，試験を行うとき，R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない．

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 $C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$ 〔K 8318，*p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物，特級〕

トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 1 g を水に溶かし，100 mL とする．用時製する．

***p*-トルエンスルホン酸** *p*-トルエンスルホン酸一水和物 を見よ．

***p*-トルエンスルホン酸一水和物** $CH_3C_6H_4SO_3H \cdot H_2O$ 〔K 8681，特級〕

トルブタミド $C_{12}H_{18}N_2O_3S$ 〔医薬品各条〕

L-トレオニン $C_4H_9NO_3$ 〔医薬品各条〕

トロンビン 〔医薬品各条〕

NK-7 細胞 マウス NK 細胞由来の細胞．

ナトリウム Na 〔K 8687，特級〕

ナトリウム，金属 ナトリウム を見よ．

ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート ペンタシアノアミン鉄（Ⅱ）酸ナトリウム *n* 水和物 を見よ．

七モリブデン酸六アンモニウム試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 21.2 g を水に溶かし，200 mL とする（10 %）．用時製する．

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ 〔K 8905，特級〕

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸第二セリウム試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 2.5 g 及び硫酸セリウム（Ⅳ）四水和物 1.0 g を薄めた硫酸（3 → 50）に溶かし，100 mL とする．用時製する．

七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 1.0 g を薄めた硫酸（3 → 20）に溶かし，40 mL とする．用時製する．

ナフタレン $C_{10}H_8$ 無色の薄片状又は光沢のある棒状の結晶で，特異なにおいがある．

融点〈2.60〉 78 ～ 82 ℃

1,3-ナフタレンジオール $C_{10}H_8O_2$ 赤褐色の結晶又は灰～灰褐色の粉末である．水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．融点：約 124 ℃

1,3-ナフタレンジオール試液 1,3-ナフタレンジオール 50 mg をエタノール（99.5）25 mL に溶かし，リン酸 2.5 mL を加える．

2-ナフタレンスルホン酸 $C_{10}H_8O_3S \cdot H_2O$ 白色～微黄白色の粉末で，水，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにやや溶けにくい．

水分〈2.48〉 7.0 ～ 11.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

含量 換算した脱水物に対し，95.0 %以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 20.82 mg $C_{10}H_8O_3S$

2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_7NaO_3S$ 微褐色の結晶又は粉末である．

含量 98.0 % 以上．

***α*-ナフチルアミン** 1-ナフチルアミン を見よ．

1-ナフチルアミン $C_{10}H_7NH_2$ 〔K 8692，特級〕 遮光して保存する．

ナフチルエチレンジアミン試液 *N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 0.1 g を水に溶かし，100 mL とする．用時製する．

***N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩** $C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$ 〔K 8197，特級〕

***α*-ナフトール** 1-ナフトール を見よ．

***β*-ナフトール** 2-ナフトール を見よ．

1-ナフトール $C_{10}H_7OH$ 〔K 8698，特級〕 遮光して保存する．

2-ナフトール $C_{10}H_7OH$ 〔K 8699，特級〕 遮光して保存する．

***α*-ナフトール試液** 1-ナフトール試液 を見よ．

***β*-ナフトール試液** 2-ナフトール試液 を見よ．

1-ナフトール試液 水酸化ナトリウム 6 g 及び無水炭酸ナトリウム 16 g を水に溶かし，100 mL とする．この液に 1-ナフトール 1 g を溶かす．用時製する．

2-ナフトール試液 2-ナフトール 1 g を炭酸ナトリウム試液に溶かし，100 mL とする．用時製する．

***α*-ナフトールベンゼイン** *p*-ナフトールベンゼイン を見よ．

***p*-ナフトールベンゼイン** $C_{27}H_{20}O_3$ 〔K 8693，特級〕

***α*-ナフトールベンゼイン試液** *p*-ナフトールベンゼイン試液 を見よ．

***p*-ナフトールベンゼイン試液** *p*-ナフトールベンゼイン 0.2 g を酢酸（100）に溶かし，100 mL とする．

純度試験 溶状 本品 0.10 g をエタノール（95）100

mL に溶かすとき，液は赤色で澄明である．

鋭敏度　本品のエタノール（95）溶液（1 → 1000）0.2 mL に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，緑色を呈し，更に 0.1 mol/L 塩酸 0.2 mL を加えるとき，液は黄赤色に変わる．

1–ナフトール・硫酸試液　1–ナフトール 1.5 g をエタノール（95）50 mL に溶かし，水 3 mL 及び硫酸 7 mL を加え，よく混和する．用時製する．

ナフトキノンスルホン酸カリウム　1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム　を見よ．

1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム　$C_{10}H_5O_2SO_3K$ 〔K 8696，特級〕

ナフトキノンスルホン酸カリウム試液　1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム試液　を見よ．

1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム試液　1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム 0.5 g を水に溶かし，100 mL とする．用時製する．

***β*–ナフトキノンスルホン酸ナトリウム**　$C_{10}H_5NaO_5S$　黄色～だいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，50 ℃）．

強熱残分〈*2.44*〉　26.5 ～ 28.0 %（乾燥後，1 g）．

ナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液　*β*–ナフトキノンスルホン酸ナトリウム 0.25 g をメタノールに溶かし，100 mL とする．

ナリジクス酸　$C_{12}H_{12}N_2O_3$ 〔医薬品各条〕

ナリンギン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{27}H_{32}N_{14}\cdot 2H_2O$　白色～淡黄色の結晶性の粉末である．エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい．融点：約 170 ℃（分解）．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－87 ～ －93°（0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をエタノール（95）10 mL に溶かした液 10 μL につき，「トウヒ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外にスポットを認めない．

二亜硫酸ナトリウム　$Na_2S_2O_5$ 〔K 8501，1 級〕

二亜硫酸ナトリウム試液　二亜硫酸ナトリウム 0.10 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，アセトンを加えて 100 mL とする．

肉エキス　新鮮なウシ，ウマ又はその他の肉から浸出した液を濃縮した黄褐色～濃暗褐色のペースト状の塊で，肉様のにおいがある．

肉製ペプトン　ペプトン，肉製　を見よ．

二クロム酸カリウム　$K_2Cr_2O_7$ 〔K 8517，特級〕

二クロム酸カリウム（標準試薬）　$K_2Cr_2O_7$ 〔K 8005，容量分析用標準物質〕

二クロム酸カリウム試液　二クロム酸カリウム 7.5 g を水に溶かし，100 mL とする．

二クロム酸カリウム・硫酸試液　二クロム酸カリウム 0.5 g を薄めた硫酸（1 → 5）に溶かし，100 mL とする．

***β*–ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド（*β*–NAD）**　$C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$ 〔K 9802，*β*–NAD^+〕

含量　94.5 % 以上．　定量法　本品約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 0.2 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_B を測定する．

β–ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド（$C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$）の量（mg）

$$= \frac{0.6634 \times 10}{17.6 \times 0.20} \times (A_T - A_B) \times 25$$

***β*–ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド（*β*–NAD）試液**　*β*–ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド 40 mg を水 10 mL に溶かす．用時製する．

ニコチン酸アミド　$C_6H_6N_2O$ 〔医薬品各条〕

ニコモール，定量用　$C_{34}H_{32}N_4O_9$ 〔医薬品各条，「ニコモール」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）99.0 % 以上を含むもの〕

二酢酸 *N*,*N*′–ジベンジルエチレンジアミン　白色～わずかに微黄色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数 1530 cm^{-1}，1490 cm^{-1}，1460 cm^{-1}，1400 cm^{-1} 及び 1290 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 25 mg を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸（100）約 8 mg を精密に量り，メタノール 25 mL を加え，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし，比較液とする．試料溶液及び比較液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれのピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液のクロマトグラムについて，酢酸及びベースラインの変動に起因するピーク面積を補正し，面積百分率法により *N*,*N*′–ジベンジルエチレンジアミンの量を求める．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（11：7：2）

流量：*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ベンジルペニシリンベンザチン約 85000 単位に対応する量を量り，メタノール 25 mL を加えて溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

二酸化イオウ SO_2 亜硫酸水素ナトリウムの濃溶液に硫酸を滴加して製する．無色の気体で，特異なにおいがある．

二酸化セレン SeO_2 〔K 8706，特級〕

二酸化炭素 CO_2 〔医薬品各条〕

二酸化チタン 酸化チタン（Ⅳ） を見よ．

二酸化チタン試液 酸化チタン（Ⅳ）試液 を見よ．

二酸化鉛 酸化鉛（Ⅳ） を見よ．

二酸化マンガン MnO_2 黒色～黒褐色の塊又は粉末である．

確認試験 本品 0.5 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え，更に過酸化水素（30）3 mL を加えて溶かす．この液を冷却しながらアンモニア水（28）を加えてアルカリ性にした後，硫化水素試液 25 mL を加えるとき，微紅色の沈殿を生じる．

二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH 測定用 $KH_3(C_2O_4)_2\cdot 2H_2O$ 〔K 8474，二しゅう酸三水素カリウム二水和物，pH 測定用〕

ニセルゴリン，定量用 $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$ 〔医薬品各条，「ニセルゴリン」又は「ニセルゴリン」を次の精製法により精製したもの．ただし，乾燥したものを定量するとき，ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．また，「ニセルゴリン」の純度試験（2）を準用し，試験を行うとき，試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない〕

精製法 「ニセルゴリン」1 g に 20 mL のアセトニトリルを加えて直ちに溶解後，冷暗所に約 36 時間放置し，結晶を析出させる．結晶をろ取し，60 ℃ で 2 時間減圧乾燥する．

2,2′,2″−ニトリロトリエタノール $(CH_2CH_2OH)_3N$ 〔K 8663，特級〕

2,2′,2″−ニトリロトリエタノール緩衝液，pH 7.8 2,2′,2″−ニトリロトリエタノール 149.2 g を水約 4500 mL に溶かし，4 mol/L 塩酸を加えて pH を 7.8 に調整した後，水を加えて 5000 mL とする．

ニトレンジピン，定量用 $C_{18}H_{20}N_2O_6$ 〔医薬品各条，「ニトレンジピン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）99.0 % 以上を含む．また，「ニトレンジピン」の純度試験（2）類縁物質を準用し，試験を行うとき，試料溶液のニトレンジピンに対する相対保持時間約 0.8 のジメチルエステル体のピーク面積は，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/2 より大きくなく，ニトレンジピン及びジメチルエステル体以外のピークの面積は，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，ニトレンジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/2 より大きくない．〕

4−ニトロアニリン $O_2NC_6H_4NH_2$ 〔K 8708，*p*−ニトロアニリン，特級〕

***p*−ニトロアニリン** 4−ニトロアニリン を見よ．

4−ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 4−ニトロアニリン 0.3 g を，10 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かした液 90 mL に，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）10 mL を加え，よく混和する．用時製する．

***p*−ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液** 4−ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 を見よ．

4−ニトロ塩化ベンジル $O_2NC_6H_4CH_2Cl$ うすい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）にやや溶けやすい．

融点〈*2.60*〉 71 ～ 73 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，硝酸銀 4 g を水 10 mL に溶かした液にエタノール（95）を加えて 100 mL とした液 15 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する．冷後，ガラスろ過器で沈殿をろ取し，水で洗い，105 ℃ で恒量になるまで乾燥し，質量を量り，塩化銀（AgCl：143.32）の量とする．

4−ニトロ塩化ベンジル（$C_7H_6ClNO_2$）の量（mg）
= 塩化銀（AgCl）の量（mg）× 1.1972

***p*−ニトロ塩化ベンジル** 4−ニトロ塩化ベンジル を見よ．

4−ニトロ塩化ベンゾイル $O_2NC_6H_4COCl$ 淡黄色の結晶である．

融点〈*2.60*〉 70 ～ 74 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，過量の硝酸銀・エタノール試液を加え，還流冷却器を付け，1 時間煮沸する．冷後，沈殿をろ過し，水洗した後，105 ℃ で恒量になるまで乾燥し，その質量を量り，1.107 を乗じて，4−ニトロ塩化ベンゾイル（$C_7H_4ClNO_3$）の量とする．

***p*−ニトロ塩化ベンゾイル** 4−ニトロ塩化ベンゾイル を見よ．

***α*−ニトロソ−*β*−ナフトール** 1−ニトロソ−2−ナフトール を見よ．

1−ニトロソ−2−ナフトール $C_{10}H_7NO_2$ 〔K 8713，特級〕

***α*−ニトロソ−*β*−ナフトール試液** 1−ニトロソ−2−ナフトール試液 を見よ．

1−ニトロソ−2−ナフトール試液 1−ニトロソ−2−ナフトール 0.06 g を酢酸（100）80 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

1−ニトロソ−2−ナフトール−3,6−ジスルホン酸二ナトリウム $C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$ 〔K 8714，特級〕

2−ニトロフェニル−*β*−D−ガラクトピラノシド $C_{12}H_{15}NO_8$ 白

色の結晶性の粉末で，においはない．水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 193 ～ 194 ℃

純度試験 溶状 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 0.1 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 262 nm における吸光度 A を測定する．

2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシドの量（mg）

$$= \frac{A}{133} \times 25000$$

o-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド を見よ．

3-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ 淡黄色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 96 ～ 99 ℃

4-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ 〔K 8721，*p*-ニトロフェノール，特級〕

o-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ 〔K 8719，特級〕

ニトロプルシドナトリウム ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物 を見よ．

ニトロプルシドナトリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 を見よ．

4-(4-ニトロベンジル)ピリジン $C_{12}H_{10}N_2O_2$ 微黄色の結晶性の粉末で，アセトンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．

融点〈2.60〉 69 ～ 71 ℃

2-ニトロベンズアルデヒド $O_2NC_6H_4CHO$ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 42 ～ 44 ℃

o-ニトロベンズアルデヒド 2-ニトロベンズアルデヒド を見よ．

ニトロベンゼン $C_6H_5NO_2$ 〔K 8723，特級〕

4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロアニリン 1.1 g を塩酸 1.5 mL に溶かし，水 1.5 mL を加え，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム 0.5 g を水 5 mL に溶かした液を加える．用時製する．

4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 4-ニトロアニリン 0.4 g を 1 mol/L 塩酸試液 60 mL に溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液をヨウ化カリウムデンプン紙が青色を呈するまで加える．用時製する．

***p*-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液** 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 を見よ．

***p*-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用** 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 を見よ．

4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート $O_2NC_6H_4N_2BF_4$ 淡黄白色の粉末で，においはほとんどない．希塩酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール（95）又はクロロホルムに極めて溶けにくい．融点：約 148 ℃（分解）．

確認試験 本品の水溶液（1 → 1000）10 mL にフェノール溶液（1 → 1000）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，2 時間）．

***p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート** 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート を見よ．

ニトロメタン CH_3NO_2 〔K 9523，特級〕

2 倍濃厚乳糖ブイヨン 乳糖ブイヨン，2 倍濃厚 を見よ．

ニフェジピン $C_{17}H_{18}N_2O_6$ 〔医薬品各条〕

乳酸 $CH_3CH(OH)COOH$ 〔K 8726，特級〕

乳酸試液 乳酸 12.0 g を水に溶かし，100 mL とする．

乳製カゼイン カゼイン（乳製） を見よ．

乳糖 乳糖一水和物 を見よ．

乳糖一水和物 $C_{12}H_{22}O_{11}・H_2O$ 〔医薬品各条，「乳糖水和物」〕

乳糖基質試液 糖質 6.0 g を pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100 mL とする．

乳糖基質試液，ペニシリウム由来 β-ガラクトシダーゼ用 乳糖 6.0 g を，あらかじめ水で 10 倍に希釈した pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100 mL とする．

α-乳糖・β-乳糖混合物（1：1） 乳糖一水和物及び無水乳糖の 3：5 の混合物を用いる．

乳糖ブイヨン 普通ブイヨンに乳糖一水和物を 0.5 % の割合に加えた後，培地 1000 mL に対し，ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液約 12 mL を加える．次に発酵管に約 10 mL ずつ分注し，蒸気がまを用いて 100 ℃ で 15 ～ 30 分間，1 日 1 回，3 日間，間けつ滅菌するか，又は 121 ℃ で 20 分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行い，速やかに冷水に浸して冷却する．

乳糖ブイヨン，2 倍濃厚 水 1000 mL の代わりに 500 mL を用いて製した普通ブイヨンに乳糖一水和物を 1.0 % の割合に加え，以下乳糖ブイヨンの製法に従って製する．

乳糖ブイヨン，3 倍濃厚 水 1000 mL の代わりに 330 mL を用いて製した普通ブイヨンに乳糖一水和物を 1.5 % の割合に加え，以下乳糖ブイヨンの製法に従って製する．ただし，発酵管には 25 mL ずつ分注する．

ニュートラルレッド $C_{15}H_{17}N_4Cl$ わずかに金属光沢のある暗緑色の粉末又は塊である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3310 cm^{-1}，3160 cm^{-1}，1621 cm^{-1}，1503 cm^{-1}，1323 cm^{-1}，1199 cm^{-1}，及び 732 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

ニュートラルレッド試液 ニュートラルレッド 0.1 g を酢酸（100）に溶かし，100 mL とする．

尿素 H_2NCONH_2 〔K 8731，特級〕

二硫化炭素 CS_2 〔K 8732，特級〕 火気を避け，冷暗所で密栓して保存する．

二硫酸カリウム $K_2S_2O_7$ 〔K 8783，特級〕

ニンヒドリン $C_9H_6O_4$ 〔K 8870，特級〕

ニンヒドリン・アスコルビン酸試液 ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 を見よ．

ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 ニンヒドリン 0.25 g 及び L-アスコルビン酸 0.01 g を水に溶かし，50 mL とする．用時製する．

ニンヒドリン・塩化スズ（Ⅱ）試液 クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かし，200 mL とした液に，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 5.6±0.2 に調整した後，水を加えて 500 mL とし，更に塩化スズ（Ⅱ）二水和物 1.3 g を加えて溶かす．この液 50 mL にニンヒドリンの 2-メトキシエタノール溶液（1 → 25）50 mL を加える．用時製する．

ニンヒドリン・塩化第一スズ試液 ニンヒドリン・塩化スズ（Ⅱ）試液 を見よ．

ニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液 クエン酸一水和物 70 g を水 500 mL に溶かし，酢酸（100）58 mL，水酸化ナトリウム溶液（21 → 50）70 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．この液 100 mL にニンヒドリン 0.2 g を溶かす．

ニンヒドリン・酢酸試液 ニンヒドリン 1.0 g をエタノール（95）50 mL に溶かし，酢酸（100）10 mL を加える．

ニンヒドリン試液 ニンヒドリン 0.2 g を水に溶かし，10 mL とする．用時製する．

0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液 ニンヒドリン 2 g に水飽和 1-ブタノールを加えて 1000 mL とする．

ニンヒドリン・ブタノール試液 ニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール 100 mL に溶かし，酢酸（100）3 mL を加える．

ニンヒドリン・硫酸試液 ニンヒドリン 0.1 g を硫酸 100 mL に溶かす．用時製する．

濃クロモトロープ酸試液 クロモトロープ酸試液，濃 を見よ．

濃クロモトロプ酸試液 クロモトロープ酸試液，濃 を見よ．

濃厚乳糖ブイヨン，2 倍 乳糖ブイヨン，2 倍濃厚 を見よ．

濃厚乳糖ブイヨン，3 倍 乳糖ブイヨン，3 倍濃厚 を見よ．

濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液 ジアゾベンゼンスルホン酸試液，濃 を見よ．

濃縮ゲル，セルモロイキン用 pH 6.8 の 0.5 mol/L トリス緩衝液中でアクリルアミド濃度 5.2 % 及びラウリル硫酸ナトリウム濃度 0.1 % となるように過硫酸アンモニウム及び *N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミンを用いて調製する．

濃ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム試液，濃 を見よ．

ノニル酸バニリルアミド $C_{17}H_{27}NO_3$ 白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，「トウガラシ」の成分含量測定法を準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉によりカプサイシンの保持時間の 2 倍まで試験を行う．試料溶液のノニル酸バニリルアミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のノニル酸バニリルアミドのピーク面積より大きくない．

ノニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノール，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

バイカリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{18}O_{11}\cdot H_2O$ 淡黄色の粉末で，においはない．メタノールに極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約 206 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき，「オウゴン」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

ハイドロサルファイトナトリウム 亜ジチオン酸ナトリウム を見よ．

培養液，セルモロイキン用 RPMI-1640 粉末培地を規定量とり，水を加えて溶かし，緩衝剤として 0.025 mol/L になるよう *N*-2-ヒドロキシエチルピペラジン-*N*′-2-エタンスルホン酸を添加する．この液 1000 mL 当たり，ストレプトマイシン 0.1 g（力価），ベンジルペニシリンカリウム 100000 単位に対応する量及び炭酸水素ナトリウム 2 g を溶かし，水酸化ナトリウム試液を加え pH 7.1 ～ 7.2 に調整した後，ろ過滅菌する．この液に，56 ℃ で 30 分間加温したウシ胎児血清を 20 vol% 相当量になるよう加える．

薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ アストラガロシドⅣ，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アミグダリン アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アリソール A アリソール A，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用アルブチン アルブチン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用イカリイン イカリイン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用イミダゾール イミダゾール，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム 塩化スキサメトニウム，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン 塩化ベルベリン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン 塩酸イソプロメタジン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン 塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン 塩酸ベンゾイルメサコニン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用オウゴニン オウゴニン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用オストール オストール，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用カプサイシン カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロール [6]-ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ギンセノシド Rg_1 ギンセノシド Rg_1，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム グルコン酸カルシウム，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸　クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 (2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール　(2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 (***E***)-ケイ皮酸　(*E*)-ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド　ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸　ケノデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド　ゲンチオピクロシド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用コール酸　コール酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン a　サイコサポニン a，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2　サイコサポニン b_2，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シザンドリン　シザンドリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル　2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン　臭化水素酸アレコリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコポラミン　臭化水素酸スコポラミン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム　臭化ダクロニウム，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用[6]-ショーガオール　[6]-ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド　シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用スウェルチアマリン　スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用センノシド A　センノシド A，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ　チクセツサポニンⅣ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ナリンギン　ナリンギン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用バイカリン　バイカリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用バルバロイン　バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(***E***)-プロペン酸・(***E***)-フェルラ酸混合試液　3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用プエラリン　プエラリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用フマル酸　フマル酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ペオニフロリン　ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ペオノール　ペオノール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン　ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン　ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン　メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 2-メチル-5-ニトロイミダゾール　2-メチル-5-ニトロイミダゾール，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 3-***O***-メチルメチルドパ　3-*O*-メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム　リオチロニンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リクイリチン　リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用 (***Z***)-リグスチリド　(*Z*)-リグスチリド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用リトコール酸　リトコール酸，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン　硫酸アトロピン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ルテオリン　ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レイン　レイン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン　レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム　レボチロキシンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ロガニン　ロガニン，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

白糖　$C_{12}H_{22}O_{11}$　〔医薬品各条，「精製白糖」〕

馬血清　ウマから血液を採血してフラスコにとり，血液を凝固させ，血清が分離するまで放置する．分離した血清はガラス容器に入れ，−20 ℃ で凍結保存する．

バソプレシン　$C_{46}H_{65}N_{15}O_{12}S_2$　白色の粉末である．

構成アミノ酸　「オキシトシン」の構成アミノ酸の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの構成するアミノ酸のグリシンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 0.9 ～ 1.1，グルタミン酸は 0.9 ～ 1.1，プロリンは 0.9 ～ 1.1，チロジンは 0.8 ～ 1.1，フェニルアラニンは 0.9 ～ 1.1，アルギニンは 0.9 ～ 1.1 及びシスチンは 0.8 ～ 1.1 で，他のアミノ酸は，それぞれ 0.03 以下である．

発煙硝酸　硝酸，発煙　を見よ．

発煙硫酸　硫酸，発煙　を見よ．

ハッカ油 〔医薬品各条〕

発色試液，テセロイキン用 0.2 mmol/L 3,3′,5,5′-テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物を含む pH 3.8 の 0.2 mol/L クエン酸緩衝液 10 mL に，薄めた過酸化水素（30）（1 → 20）0.1 mL を混和し，直ちに用いる．

発色性合成基質 *N*-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル-グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリド・塩酸塩と *N*-ベンゾイル-L-イソロイシル-γ-メトキシグルタミル-グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリド・塩酸塩の等量混合物である．白色～微黄色の塊又は粉末で，水に溶けにくい．

確認試験 本品の水溶液（1 → 30000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 316 nm 付近に吸収の極大を示す．

純度試験 遊離 4-ニトロアニリン 0.5 % 以下．

乾燥減量〈2.41〉 5 % 以下（0.2 g，減圧（0.3 kPa），塩化カルシウム，30 ～ 40 ℃，18 時間）．

含量 表示量の 95 ～ 105 %．

バナジン酸アンモニウム バナジン（V）酸アンモニウム を見よ．

バナジン（V）酸アンモニウム NH_4VO_3 〔K 8747，特級〕

バニリン $C_6H_3CHO(OCH_3)(OH)$ 〔K 9544〕

バニリン・塩酸試液 バニリン 5 mg をエタノール（95）0.5 mL に溶かし，水 0.5 mL 及び塩酸 3 mL を加える．用時製する．

バニリン・硫酸・エタノール試液 バニリン 3 g をエタノール（99.5）に溶かし，100 mL とした液に，硫酸 0.5 mL を加える．

バニリン・硫酸試液 硫酸 75 mL を氷冷したエタノール（95）25 mL に注意しながら加える．冷後，バニリン 1 g を加えて溶かす．用時製する．

ハヌス試液 臭化ヨウ素（Ⅱ）20 g を酢酸（100）1000 mL に溶かす．

貯法 遮光した共栓瓶に入れ，冷所に保存する．

パラオキシ安息香酸 $C_7H_6O_3$ 白色の結晶である．

融点〈2.60〉 212 ～ 216 ℃

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.7 g を精密に量り，アセトン 50 mL に溶かし，水 100 mL を加え，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 69.06 mg $C_7H_6O_3$

パラオキシ安息香酸イソアミル $C_{12}H_{16}O_3$ 白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．アセトニトリル，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 62 ～ 64 ℃

パラオキシ安息香酸イソブチル $C_{11}H_{14}O_3$ 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈2.60〉 75 ～ 77 ℃

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下．

含量 99.0 % 以上． 定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$

パラオキシ安息香酸イソプロピル $C_{10}H_{12}O_3$ 無色の微細な結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈2.60〉 84 ～ 86 ℃

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下．

含量 99.0 % 以上． 定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 180.2 mg $C_{10}H_{12}O_3$

パラオキシ安息香酸エチル $HOC_6H_4COOC_2H_5$ 〔医薬品各条〕

パラオキシ安息香酸ブチル $HOC_6H_4COOCH_2CH_2CH_2CH_3$ 〔医薬品各条〕

パラオキシ安息香酸プロピル $HOC_6H_4COOCH_2CH_2CH_3$ 〔医薬品各条〕

パラオキシ安息香酸ベンジル $HOC_6H_4COOCH_2C_6H_5$ 白色の微細な結晶又は結晶性の粉末で，においはない．本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈2.60〉 109 ～ 112 ℃

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下．

含量 99.0 % 以上． 定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 228.2 mg $C_{14}H_{12}O_3$

パラオキシ安息香酸メチル $HOC_6H_4COOCH_3$ 〔医薬品各条〕

パラフィン 〔医薬品各条〕

パラフィン，流動 〔医薬品各条「軽質流動パラフィン」〕

H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 $C_{23}H_{38}N_8O_5 \cdot 2HCl$ 白色～微黄色の粉末又は塊で，水にやや溶けにくい．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（316 nm）：214 ～ 236（10 mg，水，500 mL）．

L-バリン $C_5H_{11}NO_2$ 〔医薬品各条〕

バルサム 顕微鏡用カナダバルサム．用時，キシレンで適当な濃度に薄める．

バルバロイン，成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用バルバロイン．ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（360 nm）：260 ～ 290（10 mg，メタノール，500 mL）．ただし，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間以上乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバルバロイン以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のバルバロインのピーク面積より

大きくない．

試験条件

測定波長，検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は「アロエ」の成分含量測定法の試験条件を準用する．

測定波長：300 nm

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）20 μL から得たバルバロインのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）20 μL から得たバルバロインのピーク高さがフルスケールの約 20 % となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルバロインの保持時間の約 3 倍の範囲

バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_9$　淡黄色の結晶性粉末で，メタノールに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点〈2.60〉　148 ℃

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μL につき，「アロエ」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない．

バルビタール　$C_8H_{12}N_2O_3$　〔医薬品各条〕

バルビタール緩衝液　バルビタールナトリウム 15 g を水 700 mL に溶かし，希塩酸を加えて pH 7.6 とした後，ろ過する．

バルビタールナトリウム　$C_8H_{11}N_2NaO_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 9.9 ～ 10.3 である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

含量　98.5 % 以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，エタノール（95）5 mL 及び希塩酸 10 mL を加え，クロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 25 mL で 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，前後のクロロホルム抽出液を合わせ，三角フラスコ中にろ過する．ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール（95）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 20.62 mg $C_8H_{11}N_2NaO_3$

パルミチン酸，ガスクロマトグラフィー用　$C_{16}H_{32}O_2$　〔K 8756，パルミチン酸，特級〕

バレイショデンプン　〔医薬品各条〕

バレイショデンプン試液　バレイショデンプン 1 g をとり，以下デンプン試液に準じて製する．

バレイショデンプン試液，でんぷん消化力試験用　あらかじめ，バレイショデンプン約 1 g を精密に量り，105 ℃ で 2 時間乾燥し，その減量を測定する．その乾燥物 1.000 g に対応するバレイショデンプンを正確に量り，三角フラスコに入れ，水 20 mL を加え，よく振り混ぜながら，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 25）5 mL を加えてのり状とする．次に水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱した後，水 25 mL を加え，冷後，2 mol/L 塩酸試液で正確に中和し，pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を加え，水を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．

ハロペリドール，定量用　$C_{21}H_{23}ClFNO_2$　〔医薬品各条，「ハロペリドール」〕

パンクレアチン用リン酸塩緩衝液　リン酸塩緩衝液，パンクレアチン用　を見よ．

pH 測定用水酸化カルシウム　水酸化カルシウム，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用炭酸水素ナトリウム　炭酸水素ナトリウム，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用炭酸ナトリウム　炭酸ナトリウム，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物　二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用フタル酸水素カリウム　フタル酸水素カリウム，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用ホウ酸ナトリウム　四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用無水リン酸一水素ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用四シュウ酸カリウム　二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物　四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用リン酸水素二ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，pH 測定用　を見よ．

pH 測定用リン酸二水素カリウム　リン酸二水素カリウム，pH 測定用　を見よ．

α-BHC（α-ヘキサクロロシクロヘキサン）　$C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉　157 ～ 159 ℃

純度試験　類縁物質　本品 10 mg を生薬純度試験用アセトン 5 mL に溶かし，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の α-BHC 以外のピークの合計面積は標準溶液（1）の α-BHC のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈5.01〉の純度試験（2）の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし，標準

溶液（2）とする．標準溶液（2）1 μLから得たα−BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）1 μL から得たα−BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から α−BHC の保持時間の約 2 倍の範囲

β−BHC（β−ヘキサクロロシクロヘキサン） $C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉 308 ～ 310 ℃

純度試験 類縁物質 α−BHC の純度試験を準用する．ただし，標準溶液（1）は，試料溶液 2 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL となるように調製する．

γ−BHC（γ−ヘキサクロロシクロヘキサン） $C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉 112 ～ 114 ℃

純度試験 類縁物質 α−BHC の純度試験を準用する．

δ−BHC（δ−ヘキサクロロシクロヘキサン） $C_6H_6Cl_6$

融点〈2.60〉 137 ～ 140 ℃

純度試験 類縁物質 α−BHC の純度試験を準用する．ただし，標準溶液（1）は，試料溶液 5 mL を正確に量り，生薬純度試験用ヘキサンを加えて正確に 100 mL となるように調製する．

B 型赤血球浮遊液 B 型のヒト血液から赤血球を分離し，生理食塩液を加えて赤血球濃度が 1 vol% となるように調製する．

BGLB ペプトン 10 g 及び乳糖一水和物 10 g を水 500 mL に溶かし，これに新鮮な牛胆汁 200 mL 又は乾燥牛胆汁粉末 20 g を水 200 mL に溶かして pH を 7.0 ～ 7.5 に調整した液を加え，水を加えて 975 mL とし，更に pH を 7.4 に調整する．次にブリリアントグリン溶液（1 → 1000）13.3 mL 及び水を加えて全量を 1000 mL とし，脱脂綿を用いてろ過し，発酵管に 10 mL ずつ分注し，121 ℃ で 20 分間以上にわたらないように高圧蒸気滅菌を行った後に急冷するか，又は 100 ℃ で 30 分間，1 日 1 回，3 日間，間けつ滅菌する．

ピクリン酸 2,4,6−トリニトロフェノール を見よ．

ピクリン酸・エタノール試液 2,4,6−トリニトロフェノール・エタノール試液 を見よ．

ピクリン酸試液 2,4,6−トリニトロフェノール試液 を見よ．

ピクリン酸試液，アルカリ性 2,4,6−トリニトロフェノール試液，アルカリ性 を見よ．

非水滴定用アセトン アセトン，非水滴定用 を見よ．

非水滴定用酢酸 酢酸，非水滴定用 を見よ．

非水滴定用酢酸水銀（Ⅱ）試液 酢酸水銀（Ⅱ）試液，非水滴定用 を見よ．

非水滴定用酢酸第二水銀試液 酢酸水銀（Ⅱ）試液，非水滴定用 を見よ．

非水滴定用氷酢酸 酢酸，非水滴定用 を見よ．

4,4′−ビス（ジエチルアミノ）ベンゾフェノン $[(C_2H_5)_2NC_6H_4]_2CO$ 淡黄色の結晶である．

含量 98 % 以上． 定量法 本品 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.22 mg $C_{21}H_{28}N_2O$

L−ヒスチジン塩酸塩一水和物 $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ 〔K 9050，特級〕

ビストリメチルシリルアセトアミド $CH_3CON[Si(CH_3)_3]_2$ 無色の液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.414 ～ 1.418

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.825 ～ 0.835

沸点〈2.57〉 71 ～ 73 ℃

N,N′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド $C_{16}H_{20}I_3N_3O_8$ 白色の結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3390 cm^{-1}，3233 cm^{-1}，2882 cm^{-1}，1637 cm^{-1}，1540 cm^{-1}，1356 cm^{-1} 及び 1053 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の N,N′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド以外のピークの合計面積は，標準溶液の N,N′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及び面積測定範囲は「イオパミドール」の純度試験（6）の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「イオパミドール」の純度試験（6）のシステム適合性を準用する．

ビス−(1−フェニル−3−メチル−5−ピラゾロン) $C_{20}H_{18}N_4O_2$ 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，鉱酸又は水酸化アルカリには溶けるが，水，アンモニア試液及び有機溶媒には溶けない．融点：300 ℃ 以上．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下．

窒素含量〈1.08〉 15.5 ～ 16.5 %

ビスマス酸ナトリウム 三酸化ナトリウムビスマス を見よ．

ヒ素分析用亜鉛 亜鉛，ヒ素分析用 を見よ．

ビタミン A 定量用 2−プロパノール 2−プロパノール，ビタミン A 定量用 を見よ．

ヒトインスリンデスアミド体含有試液 「ヒトインスリン（遺伝子組換え）」1.5 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，25 ℃ で 3 日間以上放置し，「ヒトインスリン（遺伝子組換え）」の純度試験（1）類縁物質の条件で操作するとき，約 5 % のデスアミド体を含む溶液．

ヒトインスリン二量体含有試液 「ヒトインスリン（遺伝子組

換え)」を 25 ℃ で 10 日以上放置し，その 4 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かした溶液．

ヒト血清アルブミン，定量用　白色～淡黄色の粉末．アルブミン含量は 99 % 以上である．下記の水分測定法により脱水物に換算する．

水分〈2.48〉：(0.20 g，直接滴定)．ただし，脱水溶剤には，水分測定用ピリジン/水分測定用エチレングリコール混液 (5：1) を用いる．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液 1.0 mL 中に 80 ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位を含むように調製する．

ヒト正常血漿　ヒトの正常血漿 1 mL に相当する量のヒト正常血漿乾燥粉末を水 1 mL に溶かす．調製した液は 2 ～ 10 ℃ に保存し，1 週間以内に使用する．

ヒト正常血漿乾燥粉末　健康なヒトから得た正常な血漿を凍結乾燥したもの．

ヒト由来アンチトロンビンⅢ　健康なヒトの正常な血漿から得たセリンプロテアーゼ阻害因子で，トロンビン及び活性化血液凝固Ｘ因子の活性を阻害するたん白質である．たん白質 1 mg 当たり 300 単位以上を含む．ただし，ヘパリン存在下，25 ℃ でトロンビン 1 単位を阻害する量を 1 単位とする．

ヒドラジン一水和物　$H_2NNH_2 \cdot H_2O$　無色の液体で，特異なにおいがある．

***m*-ヒドロキシアセトフェノン**　$C_8H_8O_2$　白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　約 96 ℃

純度試験　類縁物質　本品の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000) 10 μL につき，「セファレキシン」の定量法を準用し，試験を行うとき，セファレキシンの定量の妨害となるピークを認めない．

***p*-ヒドロキシアセトフェノン**　$C_8H_8O_2$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールに溶けやすい．

融点〈2.60〉　107 ～ 111 ℃

純度試験　本品 1 mg を量り，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，「シャクヤク」の定量法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の *p*-ヒドロキシアセトフェノン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積より大きくない．

3-ヒドロキシ安息香酸　HOC_6H_4COOH　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により吸収スペクトルの測定を行うとき，波数 3300 cm^{-1}，1690 cm^{-1}，1600 cm^{-1}，1307 cm^{-1}，1232 cm^{-1} 及び 760 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉　203 ～ 206 ℃

溶状　本品 1.0 g をメタノール 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 0.2 g を精密に量り，薄めたエタノール (95) (1 → 2) 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：クレゾールレッド試液 3 滴)．ただし，滴定の終点は液の黄色が暗いだいだい赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.81 mg $C_7H_6O_3$

***N*-(2-ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル**　$C_8H_9N_3O_4$　白色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき，波数 3270 cm^{-1}，1653 cm^{-1}，1546 cm^{-1} 及び 1283 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール　$C_3H_6N_4OS$　白色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉　136 ～ 141 ℃

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g を水 1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/メタノール/ギ酸混液 (60：10：7：6) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長：254 nm) を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

***N*-2-ヒドロキシエチルピペラジン-*N*′-2-エタンスルホン酸**　$C_8H_{18}N_2O_4S$　白色の結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品 11.9 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 1 g を精密に量り，水約 60 mL に溶かし，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 119.2 mg $C_8H_{18}N_2O_4S$

***d*-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)エチル]-2-(4-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5*H*)-オン塩酸塩**　$C_{20}H_{24}N_2O_3S \cdot HCl$　塩酸ジルチアゼム 9 g にエタノール (99.5) 50 mL を加え，80 ℃ に加熱して溶かす．この液に水酸化カリウムのエタノール (99.5) 溶液 (33 → 500) 50 mL を徐々に滴加し，4 時間かき混ぜながら加熱する．氷冷後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物をエタノール (99.5) に溶かし，塩酸のエタノール (99.5) 溶液 (59 → 250) を徐々に加えて酸性とし，ろ過する．ろ液にジエチルエーテルを徐々に加え，得られた結晶をろ取する．これにエタノール (99.5) を加え，加熱して溶かし，活性炭 0.5 g を加え，放置した後，ろ過する．ろ液を氷・メタノール浴で冷却した後，得られた結晶をろ取し，無水ジエチルエーテルで洗う．更にエタノール (99.5) を加え，加熱して溶かす．冷却した後，得られた結晶をろ取し，減圧で乾燥する．白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

純度試験　本品 50 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20

μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/クロロホルム/水/酢酸（100）混液（12：10：3：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

水分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.5 g）．

含量 換算した脱水物に対し，99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.89 mg $C_{20}H_{24}N_2O_3S \cdot HCl$

***d*-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)エチル]-2-(*p*-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5*H*)-オン塩酸塩** *d*-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)エチル]-2-(4-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5*H*)-オン塩酸塩 を見よ．

2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 $C_{21}H_{14}N_2O_7S$ 〔K 8776，特級〕

***N*-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド** $C_8H_6NO_2$ 白色～微黄白色の結晶である．エタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点〈2.60〉 146 ～ 149 ℃

純度試験

（1）溶状 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）類縁物質 本品 0.1 g を水 1000 mL に溶かす．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリル 6.5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，「アスポキシシリン水和物」の定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，溶媒及び *N*-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド以外のピークを認めない．

3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 $C_9H_{10}O_3$

性状 本品は白色～淡黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

含量 99.0 % 以上．定量法 本品を乾燥し（減圧，60 ℃，4 時間），その約 0.2 g を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かし，更に水 45 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 5 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 16.62 mg $C_9H_{10}O_3$

2-[4-(2-ヒドロキシメチル)-1-ピペラジニル]プロパンスルホン酸 $C_8H_{18}N_2O_4S$ 白色の結晶性の粉末である．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下．

含量 99 % 以上．

3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸 $C_{10}H_{10}O_4$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 215 ～ 219 nm，238 ～ 242 nm，290 ～ 294 nm 及び 319 ～ 323 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 2 μL につき，「補中益気湯エキス」の確認試験(11) を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない．

3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸 1 mg 及び (*E*)-フェルラ酸 1 mg をメタノール 2 mL に溶かす．

ヒドロキシルアミン試液 塩酸ヒドロキシアンモニウム 10 g を水 20 mL に溶かし，エタノール（95）を加えて 200 mL とする．これにかき混ぜながら 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 150 mL を加え，ろ過する．用時製する．

ヒドロキシルアミン試液，アルカリ性 塩酸ヒドロキシアンモニウムのメタノール溶液（7 → 100）と，水酸化ナトリウムのメタノール溶液（3 → 25）を等容量混和し，ろ過する．用時製する．

ヒドロキノン $C_6H_4(OH)_2$ 〔K 8738，特級〕

ヒドロコルチゾン $C_{21}H_{30}O_5$ 〔医薬品各条〕

2-ビニルピリジン C_7H_7N 無色～暗褐色の澄明な液体である．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.546 ～ 1.552

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.975 ～ 0.982

1-ビニル-2-ピロリドン C_6H_9NO 澄明の液体である．

純度試験 本品 0.5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により 1-ビニル-2-ピロリドンの量を求めるとき，99.0 % 以上である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 0.53 mm，長さ約 30 m のガラス製の中空毛管カラムの内壁にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を約 1.0 μm の厚さに保持したもの．

カラム温度：80 ℃ に 1 分間維持し，次いで毎分 10 ℃ の割合で温度を上昇させ，190 ℃ になったらその温度に 20 分間維持する．

試料気化室温度：190 ℃ 付近の一定温度．

キャリヤーガス：ヘリウム．

流量：1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

検出感度：本品 0.5 μL から得た 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク高さが，フルスケールの約 70 % になるように調整する．

面積測定範囲：1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 水分測定用メタノール 50 mL 及びブチロラクトン 10 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定〈2.50〉する．次に，本品約 2.5 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，試験を行うとき，水分は 0.1 % 以下である．

ヒパコニチン，純度試験用 $C_{33}H_{45}NO_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリルにやや溶けやすく，エタノ

ール（99.5）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 175 ℃（分解）．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3500 cm^{-1}，1728 cm^{-1}，1712 cm^{-1}，1278 cm^{-1}，1118 cm^{-1}，1099 cm^{-1} 及び 714 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（230 nm）：217 ～ 252（5 mg，エタノール（99.5），200 mL）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヒパコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヒパコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（9：1）

流量：ヒパコニチンの保持時間が約 23 分になるように調整する．

面積測定範囲：ヒパコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たヒパコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たヒパコニチンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヒパコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水分〈2.48〉　1.0 % 以下（5 mg，電量滴定法）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

2,2′-ビピリジル　$C_{10}H_8N_2$〔K 8486，特級〕

2-(4-ビフェニリル)プロピオン酸　$C_{15}H_{14}O_2$　淡黄白色の粉末である．

融点〈2.60〉　145 ～ 148 ℃

純度試験　本品 1 mg を水/アセトニトリル混液（11：9）に溶かし，50 mL とする．この液 20 μL につき，「フルルビプロフェン」の純度試験（3）類縁物質の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により 2-(4-ビフェニリル）プロピオン酸の量を求めるとき 98.0 % 以上である．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品をシリカゲルで 4 時間減圧乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴），同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 22.63 mg $C_{15}H_{14}O_2$

ヒベンズ酸チペピジン，定量用　$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$〔医薬品各条，「チペピジンヒベンズ酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

ヒポキサンチン　$C_5H_4N_4O$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，アンモニア試液にやや溶けやすく，希塩酸又は熱湯にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくく，メタノールにほとんど溶けない．

純度試験　類縁物質　本品 5.0 mg をアンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）に溶かし正確に 100 mL とした液につき，「メルカプトプリン水和物」の純度試験（4）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.2 の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　97.0 ～ 103.0 %．　定量法　本品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 250 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 250 nm における吸光度 A を測定する．

$$\text{ヒポキサンチン}(C_5H_4N_4O)\text{の量（mg）} = \frac{A}{779} \times 250000$$

ヒマシ油　〔医薬品各条〕

氷酢酸　酢酸（100）　を見よ．

氷酢酸，非水滴定用　酢酸，非水滴定用　を見よ．

氷酢酸・硫酸試液　酢酸・硫酸試液　を見よ．

ピラゾール　$C_3H_4N_2$　白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　67 ～ 71 ℃

1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール $C_{15}H_{11}N_3O$ だいだい黄色又はだいだい赤色の粉末である．

吸光度 本品 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2.0 mL にメタノールを加えて正確に 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 470 nm における吸光度は 0.55 以上である．

融点〈2.60〉 137 ～ 140 ℃

純度試験 溶状 本品 25 mg をメタノール 100 mL に溶かすとき，液はだいだい黄色澄明である．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下．

鋭敏度 本品のメタノール溶液（1 → 4000）0.2 mL に水 50 mL，メタノール 30 mL 及び pH 5.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．これに塩化銅（Ⅱ）二水和物溶液（1 → 600）1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，更に薄めた 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液（1 → 10）1 滴を加えるとき，黄色に戻る．

ピリジン C_5H_5N 〔K 8777，特級〕

ピリジン，水分測定用 水分測定法〈2.48〉 を見よ．

ピリジン，無水 C_5H_5N ピリジン 100 mL に水酸化ナトリウム 10 g を加え，24 時間放置した後，上澄液を傾斜して取り蒸留する．

ピリジン・酢酸試液 ピリジン 20 mL に薄めた酢酸（100）（1 → 25）を混和して 100 mL とする．用時製する．

ピリジン・ピラゾロン試液 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン 0.1 g に水 100 mL を加え，65 ～ 70 ℃ に加温し，よく振り混ぜて溶かした後，30 ℃ 以下に冷却する．この液にビス-(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン) 0.02 g をピリジン 20 mL に溶かした液を加えて混和する．用時製する．

ヒルスチン $C_{22}H_{28}N_2O_3$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約 100℃

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：約＋70 °（10 mg，メタノール，1 mL，50 mm）．

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$（245 nm）：354 ～ 379（5 mg，メタノール/希酢酸混液（7：3），500 mL）．ただし，別途脱水物換算を行う．

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をメタノール/希酢酸混液（7：3）100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，「チョウトウコウ」の成分含量測定法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のヒルスチン以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない．

ピロアンチモン酸カリウム ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム を見よ．

ピロアンチモン酸カリウム試液 ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム試液 を見よ．

ピロガロール $C_6H_3(OH)_3$ 〔K 8780，特級〕

L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩 $C_{19}H_{26}N_8O_6$・HCl 白色～淡黄色の粉末で，水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすい．

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$（316 nm）：242 ～ 268（2 mg，水，100 mL）．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：−51 ～ −56°〔0.1 g，薄めた酢酸（100）（1 → 2），10 mL，100 mm〕．

純度試験 類縁物質 本品 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（15：12：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩試液 L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩 25 mg 及び「D-マンニトール」0.04 g を水 2 ～ 3 mL に溶かし，凍結乾燥する．これを水 16.7 mL に溶かす．用時，この液 1 容に水 9 容を加える．

ピロ硫酸カリウム 二硫酸カリウム を見よ．

ピロリン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 9.0 ピロリン酸カリウム 0.83 g を水 40 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸を加えて pH を 9.0 に調整し，水を加えて 50 mL とする．使用前に温度を 22±2 ℃ にする．

ピロリン酸塩緩衝液，pH 9.0 ピロリン酸カリウム 3.3 g，ジチオスレイトール 15 mg 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.04 g を水 70 mL に溶かし，クエン酸一水和物溶液（21 → 100）で pH を正確に 9.0 に調整し，水を加えて 100 mL とする．

ピロリン酸カリウム $K_4O_7P_2$ 白色の結晶性粉末で，水に極めて溶けやすい．

融点〈2.60〉 1109 ℃

ピロール C_4H_5N 無色透明の液体で，特異なにおいがある．エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶け，水にほとんど溶けない．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.965 ～ 0.975

ファモチジン，定量用 $C_8H_{15}N_7O^2S_3$ 〔医薬品各条，「ファモチジン」ただし，乾燥したものを定量するとき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）99.0 % 以上を含み，純度試験（3）により試験を行うとき，類縁物質の総量が 0.4 % 以下のもの〕

フィトナジオン $C_{31}H_{46}O_2$ 〔医薬品各条〕

フィブリノーゲン ヒト又はウシの血液からエタノール又は硫酸アンモニウム分画沈殿法などを用いて製する．本品はクエン酸塩，シュウ酸塩，塩化ナトリウムを含んでいてもよい．白色無晶形である．本品 0.01 g に生理食塩液 1 mL を加え 37 ℃ に加温するとき，わずかに混濁して溶け，この液にトロンビン 1 単位を加えるとき凝固する．

ブイヨン，普通 普通ブイヨン を見よ．

フェナセチン $C_{10}H_{13}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

融点〈2.60〉 134 ～ 137 ℃

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

***o*-フェナントロリン** 1,10-フェナントロリン一水和物 を見よ．

1,10-フェナントロリン一水和物 $C_{12}H_8N_2$・H_2O 〔K 8789，特級〕

1,10−フェナントロリン試液 1,10−フェナントロリン一水和物 0.15 g に新たに製した硫酸鉄（Ⅱ）七水和物溶液（37 → 2500）10 mL 及び希硫酸 1 mL を加えて溶かす．密栓して保存する．

***o*−フェナントロリン試液** 1,10−フェナントロリン試液 を見よ．

フェニルアラニン $C_9H_{11}NO_2$ 〔医薬品各条，「L−フェニルアラニン」〕

D−フェニルグリシン $C_8H_9NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に溶けにくい．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

含量 98.5 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.12 mg $C_8H_9NO_2$

25 % フェニル−25 % シアノプロピル−メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

フェニルヒドラジン $C_6H_5NHNH_2$ 無色〜淡黄色の澄明な液体で，わずかに芳香がある．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品約 1 g を精密に量り，薄めた塩酸（1 → 100）30 mL を加え，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を共栓三角フラスコに正確に量り，薄めた塩酸（3 → 4）40 mL を加えて冷後，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は，クロロホルム 5 mL を加えて強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，クロロホルム層の紅色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 5.407 mg $C_6H_5NHNH_2$

フェニルフルオロン $C_{19}H_{12}O_5$ 〔K 9547，特級〕

フェニルフルオロン・エタノール試液 フェニルフルオロン 50 mg をとり，エタノール（95）適量及び薄めた塩酸（1 → 3）10 mL を加えて溶かし，更にエタノール（95）を加えて正確に 500 mL とする．

35 % フェニル−メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

50 % フェニル−メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

65 % フェニル−メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

1−フェニル−3−メチル−5−ピラゾロン 3−メチル−1−フェニル−5−ピラゾロン を見よ．

50 % フェニル−50 % メチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

***o*−フェニレンジアミン** $H_2NC_6H_4NH_2$ 白色〜暗褐色の結晶又は結晶性の粉末で，エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にやや溶けやすい．

含量 95.0 % 以上． 定量法 本品約 0.15 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.81 mg $H_2NC_6H_4NH_2$

***o*−フェニレンジアミン二塩酸塩** $H_2NC_6H_4NH_2$・2HCl 白色〜微黄色又は微紅色の結晶又は結晶性の粉末である．

溶状 本品 1 g を水 20 mL に溶かすとき，液は透明である．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品 0.15 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 9.053 mg $H_2NC_6H_4NH_2$・2HCl

フェノバルビタールナトリウム $C_{12}H_{11}N_2NaO_3$ 〔医薬品各条〕

フェノール C_6H_5OH 〔K 8798，特級〕

フェノール，定量用 C_6H_5OH 〔K 8798，特級〕

フェノール塩酸試液 フェノール 0.2 g を 6 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かす．

***p*−フェノールスルホン酸ナトリウム** $C_6H_5O_4NaS$・$2H_2O$ 本品は白色〜淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，吸収スペクトルを測定するとき，波長 269 〜 273 nm 及び 276 〜 280 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

含量 90.0 % 以上． 定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，カラム（150 〜 300μm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H型）20 mL を内径約 1 cm，高さ約 30 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，流出する．次に水を用いて洗液が酸性を示さなくなるまでカラムを洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 5 滴）．別に本品 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 23.22 mg $C_6H_5O_4NaS$・$2H_2O$

フェノールスルホンフタレイン，定量用 $C_{19}H_{14}O_5S$ 〔医薬品各条，「フェノールスルホンフタレイン」ただし，乾燥したものを定量するとき，フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$）99.0 % 以上を含むもの〕

フェノール・ニトロプルシドナトリウム試液 フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 を見よ．

フェノールフタレイン $C_{20}H_{14}O_4$ 〔K 8799，特級〕

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g をエタノール（95）100 mL に溶かす．

フェノールフタレイン・チモールブルー試液 A 液：フェノールフタレイン 0.1 g を薄めたエタノール（4 → 5）100 mL に溶かす．B 液：チモールブルー 0.1 g をエタノール(95)/希水酸化ナトリウム試液混液（250：11）50 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．用時 A 液 2 容量，B 液 3 容量を混ぜる．

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 フェノール 5 g 及びペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物 25 mg を水に溶かし，500 mL とする．冷暗所に保存する．

フェノールレッド $C_{19}H_{14}O_5S$ 〔K 8800，特級〕

フェノールレッド試液 フェノールレッド 0.1 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

フェノールレッド試液，希 硝酸アンモニウム溶液（1 → 9400）235 mL に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 105 mL 及び酢酸（100）24 g に水を加えて 200 mL とした液 135 mL を加える．この液に，フェノールレッド 33 mg を 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.5 mL に溶かした後に水を加えて 100 mL とした液 25 mL を加える．必要ならば pH を 4.7 に調整する．

プエラリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{20}O_9$ 白色の結晶性の粉末である．メタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約 188 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 1 mL とした液 2 μL につき，「カッコン」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

フェーリング試液

銅液：硫酸銅（Ⅱ）五水和物 34.66 g を水に溶かし，500 mL とする．共栓瓶にほとんど全満して保存する．

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 173 g 及び水酸化ナトリウム 50 g を水に溶かし，500 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．用時，両液の等容量を混和する．

フェーリング試液，でんぷん消化力試験用

銅液：硫酸銅（Ⅱ）五水和物 34.660 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とする．共栓瓶にほとんど全満して保存する．

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 173 g 及び水酸化ナトリウム 50 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．ポリエチレン瓶に保存する．

用時，両液の等容量を正確に量り，混和する．

フェリシアン化カリウム ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム を見よ．

フェリシアン化カリウム試液 ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 を見よ．

フェリシアン化カリウム試液，アルカリ性 ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液，アルカリ性 を見よ．

(*E*)-フェルラ酸 $C_{10}H_{10}O_4$ 白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：173 ～ 176 ℃

確認試験 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 215 ～ 219 nm，231 ～ 235 nm 及び 318 ～ 322 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 2 μL につき，「補中益気湯エキス」の確認試験(11)を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない．

フェロシアン化カリウム ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム三水和物 を見よ．

フェロシアン化カリウム試液 ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 を見よ．

フォリン試液 タングステン（Ⅵ）酸ナトリウム二水和物 20 g，モリブデン（Ⅵ）酸二ナトリウム二水和物 5 g 及び水約 140 mL に，薄めたリン酸（17 → 20）10 mL 及び塩酸 20 mL を加え，還流冷却器を付け，10 時間穏やかに煮沸する．硫酸リチウム一水和物 30 g 及び水 10 mL を加え，臭素をごく少量加えて濃緑色の液を黄色とし，冷却器を付けず 15 分間煮沸して過量の臭素を除く．冷後，水を加えて 200 mL とし，ガラスろ過器でろ過し，塵が混入しないようにして保存する．この液を原液とし，用時水を加えて薄める．

フォリン試液，希 フォリン試液を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉し（指示薬：フェノールフタレイン試液），酸濃度を求める．酸濃度が 1 mol/L となるようにフォリン試液に水を加えて調製する．

フクシン 光沢のある緑色の結晶性粉末または塊で，水又はエタノール（95）に溶けにくい．

乾燥減量〈2.41〉 17.5 ～ 20.0 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

フクシン亜硫酸試液 フクシン 0.2 g を温湯 120 mL に溶かし，放冷後，無水亜硫酸ナトリウム 2 g を水 20 mL に溶かした液及び塩酸 2 mL を加え，更に水を加えて 200 mL とする．少なくとも 1 時間放置する．用時製する．

フクシン・エタノール試液 フクシン 11 g をエタノール(95) 100 mL に溶かす．

フクシン試液，脱色 脱色フクシン試液 を見よ．

ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液，純度試験用 本品はブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL 中ブシジエステルアルカロイドとして純度試験用アコニチン 10 mg，純度試験用ジェサコニチン 10 mg，純度試験用ヒパコニチン 30 mg 及び純度試験用メサコニチン 20 mg を含む．この液 20 μL につき，検出器の測定波長を 231 nm として，「ブシ」の純度試験の試験条件を準用して試験を行うとき，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め，各ピーク高さの比はほぼ 10：1：35：30 である．また，同様に検出器の測定波長を 254 nm として，試験を行うとき，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め，各ピーク高さの比はほぼ 2：8：7：6 である．

ブシ用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液，ブシ用 を見よ．

ブシラミン $C_7H_{13}NO_3S_2$ 〔医薬品各条〕

1-ブタノール $CH_3(CH_2)_2CH_2OH$ 〔K 8810，特級〕

1-ブタノール，アンモニア飽和 1-ブタノール 100 mL に薄めたアンモニア水（28）（1 → 100）60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，静置する．上層液を用いる．

2-ブタノール $CH_3CH_2CH(OH)CH_3$ 〔K 8812，特級〕

***n*-ブタノール**　1-ブタノール　を見よ．

ブタノール，イソ　2-メチル-1-プロパノール　を見よ．

ブタノール，第三　*t*-ブチルアルコール　を見よ．

ブタノール，第二　2-ブタノール　を見よ．

2-ブタノン　$CH_3COC_2H_5$　〔K 8900，特級〕

***o*-フタルアルデヒド**　$C_6H_4(CHO)_2$　本品は淡黄色～黄色の結晶である．

含量　99 % 以上．　定量法　本品 1 g をエタノール (95) 10 mL に溶かす．この液 2 μL につき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたガスクロマトグラムにつき，自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$含量 = \frac{o-フタルアルデヒドのピーク面積}{それぞれの成分のピーク面積の総和} \times 100$$

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを酸及びシラン処理した 177 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：180 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約 50 mL の一定量で *o*-フタルアルデヒドの保持時間が 3 ～ 4 分になるように調整する．

測定範囲：溶媒ピークが流出した後，*o*-フタルアルデヒドの保持時間の 7 倍まで測定する．

フタルイミド　$C_8H_5NO_2$　白色～微褐色の結晶又は粉末である．

融点〈2.60〉　232 ～ 237 ℃

溶状　本品 1.0 g は水酸化ナトリウム試液 20 mL にわずかに混濁して溶ける．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 14.71 mg $C_8H_5NO_2$

フタル酸　$C_8H_6O_4$　無色～白色の結晶性粉末である．メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく，水に溶けにくく，クロロホルムにほとんど溶けない．融点：約 200 ℃ (分解)．

含量　98 % 以上．　定量法　本品約 2.8 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更に水 25 mL を加え，加熱板上で加温して溶かす．冷後フェノールフタレイン試液 5 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL= 83.07 mg $C_8H_6O_4$

フタル酸ジエチル　$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$　無色の澄明な液である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.500 ～ 1.505

純度試験　類縁物質　本品 1 mL をとり，臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウムの水/アセトニトリル/メタノール混液 (137：80：23) 溶液 (2 → 625) を加えて 100 mL とする．この液 6 mL をとり，臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウムの水/アセトニトリル/メタノール混液 (137：80：23) 溶液 (2 → 625) を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，「セフェタメトピボキシル塩酸塩」の定量法を準用して試験を行うとき，溶媒及び本品のピーク以外のピークを認めない．

フタル酸ジシクロヘキシル　$C_6H_4(COOC_6H_{11})_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　63 ～ 66 ℃

純度試験　溶状　本品 1.0 g をエタノール (95) 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

フタル酸ジノニル　$C_6H_4(COOC_9H_{19})_2$　無色～微黄色の澄明な液である．

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.967 ～ 0.987

酸価〈1.13〉　2 以下．

フタル酸ジフェニル　$C_6H_4(COOC_6H_5)_2$　白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉　71 ～ 76 ℃

純度試験　類縁物質　本品 0.06 g をクロロホルム 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「トルナフタート液」の定量法を準用し，試験を行うとき，保持時間約 8 分の主ピーク及び溶媒によるピーク以外のピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液 10 μL から得たフタル酸ジフェニルのピーク高さがフルスケールの 50 ～ 100 % になるように調整し，ピーク測定範囲は溶媒ピークの後からフタル酸ジフェニルの保持時間の約 2 倍の範囲とする．

フタル酸ジ-*n*-ブチル　$C_6H_4(COOC_4H_9)_2$　無色澄明の液体である．

純度試験　類縁物質　本品 0.5 g をとり，メタノール 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「ニカルジピン塩酸塩注射液」の定量法を準用し，試験を行う．この液のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率によりフタル酸ジ-*n*-ブチルの純度を求めるとき，98.0 % 以上であり，ニカルジピンと同じ位置にピークを認めない．ただし，検出感度は試料溶液 10 μL から得たフタル酸ジ-*n*-ブチルのピークの高さがフルスケールの 50 ～ 100 % になるように調整し，ピーク面積測定範囲は溶媒のピークの後からフタル酸ジ-*n*-ブチルの保持時間の約 2 倍の範囲とする．

フタル酸ジメチル　$C_{16}H_{22}O_4$　無色澄明の液体で，わずかに芳香がある．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.491 ～ 1.493

純度試験　本品のイソオクタン溶液 (1 → 100) 6.0 mL をとり，*n*-アミルアルコールのヘキサン溶液 (3 → 1000) を加えて 50 mL とした液 10 μL につき，「エルゴカルシフェロール」又は「コレカルシフェロール」の定量法に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，主ピーク以外にピークを認めない．

フタル酸水素カリウム　$C_6H_4(COOK)(COOH)$　〔K 8809，特級〕

フタル酸水素カリウム (標準試薬)　$C_6H_4(COOK)(COOH)$　〔K 8005，容量分析用標準物質〕

フタル酸水素カリウム，pH 測定用 $C_6H_4(COOK)(COOH)$ 〔K 8809，pH標準液用〕

フタル酸水素カリウム緩衝液，0.3 mol/L，pH 4.6 フタル酸水素カリウム 61.26 g を水約 800 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を用いて pH を 4.6 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

フタル酸水素カリウム緩衝液，pH 3.5 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 塩酸 7.97 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

フタル酸水素カリウム緩衝液，pH 4.6 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 12.0 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

フタル酸水素カリウム緩衝液，pH 5.6 緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 39.7 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

フタル酸水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 pH 測定用フタル酸水素カリウム 40.843 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．

フタレインパープル $C_{32}H_{32}N_2O_{12}\cdot xH_2O$ 黄白色～褐色の粉末で，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

感度試験 本品 10 mg をアンモニア水（28）1 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL に，水 95 mL，アンモニア水（28）4 mL，エタノール（95）50 mL 及び薄めた塩化バリウム試液（1 → 5）0.1 mL を加えるとき，液は青紫色となる．この液に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.15 mL を加えるとき，液は無色となる．

***n*-ブチルアミン** $CH_3CH_2CH_2CH_2NH_2$ 無色の液で，アミンようの特異なにおいがある．水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．水溶液はアルカリ性で，空気中でたやすく二酸化炭素を吸収する．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.740 ～ 0.747

蒸留試験〈2.57〉 76.5 ～ 79 ℃，96 vol% 以上．

***t*-ブチルアルコール** $(CH_3)_3COH$ 〔K 8813，特級〕

***tert*-ブチルメチルエーテル** $(CH_3)_3COCH_3$ 無色澄明の液で，特異なにおいがある．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.3689

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.7404

ブチロラクトン $C_4H_6O_2$ 無色～ほとんど無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉 d_4^{25}：1.128 ～ 1.135

沸点〈2.57〉 198 ～ 208 ℃

普通カンテン培地 普通ブイヨン 1000 mL にカンテン 25 ～ 30 g を加え，加熱して溶かす．蒸発した水を補い，pH を 6.4 ～ 7.0 に調整した後，ろ過し，分注した後，高圧蒸気滅菌する．粉末状のカンテンを用いる場合は 15 ～ 20 g を用いる．

普通カンテン培地，テセロイキン用 肉エキス 5.0 g，ペプトン 10.0 g，塩化ナトリウム 5.0 g，カンテン 15.0 ～ 20.0 g を水に溶かして 1000 mL とし，滅菌する．pH は 6.9 ～ 7.1 とする．

普通ブイヨン 肉エキス 5 g 及びペプトン 10 g を水 1000 mL に加え，穏やかに加温して溶かし，滅菌後の pH が 6.4 ～ 7.0 になるように調整し，冷後，蒸発した水を補い，ろ過する．この液を 121 ℃ で 30 分間高圧蒸気滅菌する．

フッ化水素酸 HF 〔K 8819，ふっ化水素酸，特級〕 フッ化水素酸（HF）46.0 % 以上を含むもの．

フッ化ナトリウム NaF 〔K 8821，ふっ化ナトリウム，特級〕

フッ化ナトリウム（標準試薬） NaF 〔K 8005，ふっ化ナトリウム，容量分析用標準物質〕

フッ化ナトリウム試液 フッ化ナトリウム 0.5 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かす．用時製する．

ブドウ糖 $C_6H_{12}O_6$ 〔医薬品各条〕

ブドウ糖試液 ブドウ糖 30 g を水に溶かし，100 mL とする．注射剤の製法により製する．

ブドウ糖・ペプトン培地，無菌試験用 ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ．

***N*-*t*-ブトキシカルボニル-L-グルタミン酸-*α*-フェニルエステル** $C_{16}H_{21}NO_6$ 白色の粉末である．

融点〈2.60〉 95 ～ 104 ℃

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を希エタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した 3 枚の薄層板にそれぞれスポットする．次に 1 枚目はクロロホルム/酢酸エチル/酢酸（100）混液（25：25：1），2 枚目はベンゼン/ジオキサン/酢酸（100）混液（95：25：4），3 枚目はクロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（45：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これらに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

ブファリン，成分含量測定用 $C_{24}H_{34}O_4\cdot xH_2O$ 白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉 $E_{1cm}^{1\%}$（300 nm）：143 ～ 153（10 mg，メタノール，250 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 40 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン/クロロホルム混液（4：3：3）を展開溶媒として約 14 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧し，100 ℃ で 2 ～ 3 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

含量 99.0 % 以上． 含量測定法 本品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面

積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりブファリンの量を求める．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：ブファリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用ブファリン，成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニン 0.01 g ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．この溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）20 μL から得たブファリンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）20 μL から得たブファリンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブファリンの保持時間の約 2 倍の範囲

ブフェキサマク，定量用　$C_{12}H_{17}NO_3$ 〔医薬品各条，「ブフェキサマク」ただし，乾燥したものを定量するとき，ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）99.0 % 以上を含み，「ブフェキサマク軟膏」の確認試験を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めないもの〕

フマル酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_4H_4O_4$　白色の結晶性の粉末で，においはなく，特異な酸味を有する．

純度試験　「クレマスチンフマル酸塩」の確認試験（5）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.8 の主スポット以外のスポットを認めない．

浮遊培養用培地　塩化ナトリウム 6.000 g，塩化カリウム 0.400 g，無水リン酸二水素ナトリウム 0.677 g，硝酸カルシウム四水和物 0.100 g，硫酸マグネシウム水和物 0.100 g，ブドウ糖 2.000 g，コハク酸ナトリウム六水和物 0.164 g，コハク酸 46 mg，L-アルギニン塩酸塩 0.240 g，L-アスパラギン一水和物 56.8 mg，L-アスパラギン酸 20 mg，L-システイン塩酸塩一水和物 72.9 mg，L-グルタミン酸 20 mg，グルタチオン 1 mg，グリシン 10 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 20.3 mg，L-ヒドロキシプロリン 20 mg，L-イソロイシン 50 mg，L-リジン塩酸塩 40 mg，メチオニン 15 mg，L-トレオニン 20 mg，L-トリプトファン 5 mg，L-バリン 20 mg，L-ロイシン 50 mg，L-フェニルアラニン 15 mg，L-プロリン 20 mg，L-セリン 30 mg，L-チロジン 20 mg，D-ビオチン（結晶）0.2 mg，パントテン酸カルシウム 0.25 mg，塩化コリン 3 mg，*i*-イノシトール 35 mg，4-アミノ安息香酸 1 mg，シアノコバラミン 5 μg，葉酸 1 mg，ニコチン酸アミド 1 mg，リボフラビン 0.2 mg，チアミン塩酸塩 1 mg，塩酸ピリドキシン 1 mg 及びフェノールレッド 5 mg を水に溶かし，硫酸カナマイシン溶液（3 → 50）1 mL を加えた後，水を加えて 1000 mL とし，121 ℃ で 15 分間，高圧蒸気滅菌する．冷後，L-グルタミン溶液（3 → 100）10 mL 及び 7 % 炭酸水素ナトリウム注射液 20 mL を加えて混和する．4 ℃ で保存する．

ブラジキニン　$C_{50}H_{73}N_{15}O_{11}$　白色の粉末で，水又は酢酸（31）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－80 ～ －90°（15 mg，水，5 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 2.0 mg に水 0.2 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を，薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（31）混液（15：12：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，60 ℃ で薄層板を乾燥する．これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液（1 → 1000）を均等に噴霧した後，60 ℃ で 30 ～ 60 分間加熱するとき，ブラジキニンに由来する主スポット以外のスポットを認めない．

プラゼパム，定量用　$C_{19}H_{17}ClN_2O$ 〔医薬品各条，「プラゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）99.0 % 以上を含むもの〕

プラバスタチンナトリウム　$C_{23}H_{35}NaO_7$ 〔医薬品各条〕

ブリリアントグリン　$C_{27}H_{34}N_2O_4S$　微細な光沢ある黄色の結晶で，水又はエタノール（95）に溶ける．極大吸収波長 623 nm.

ブルーテトラゾリウム　$C_{40}H_{32}Cl_2N_8O_2$　3,3′-ジアニソール-ビス〔4,4′-(3,5-ジフェニル）テトラゾリウムクロリド〕淡黄色の結晶で，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水に溶けにくく，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：約 245 ℃（分解）．

吸光度〈2.24〉　$E_{1cm}^{1\%}$（252 nm）：826 以上（メタノール）．

ブルーテトラゾリウム試液，アルカリ性　ブルーテトラゾリウムのメタノール溶液（1 → 200）1 容量に，水酸化ナトリウムのメタノール溶液（3 → 25）3 容量を加える．用時製する．

フルオシノロンアセトニド　$C_{24}H_{30}F_2O_6$ 〔医薬品各条〕

フルオレセイン　$C_{20}H_{12}O_5$　帯黄赤色の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1597 cm^{-1}，1466 cm^{-1}，1389 cm^{-1}，1317 cm^{-1}，1264 cm^{-1}，1247 cm^{-1}，1213 cm^{-1}，1114 cm^{-1} 及び 849 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

フルオレセインナトリウム　$C_{20}H_{10}Na_2O_5$ 〔医薬品各条〕

フルオレセインナトリウム試液　フルオレセインナトリウム 0.2 g を水に溶かし，100 mL とする．

4-フルオロ安息香酸　$C_7H_5FO_2$　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1684 cm^{-1}，1606 cm^{-1} 及び 1231 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉 182 ～ 188 ℃

1–フルオロ–2, 4–ジニトロベンゼン $C_6H_3(NO_2)_2F$ 〔K 8479, 特級〕

ブルシン ブルシン二水和物 を見よ．

ブルシン二水和物 $C_{23}H_{26}N_2O_4 \cdot 2H_2O$ 〔K 8832, ブルシン *n* 水和物, 特級〕

フルフラール $C_5H_4O_2$ 無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.160 ～ 1.165

蒸留試験〈2.57〉 160 ～ 163 ℃, 95 vol% 以上．

フルラゼパム, 定量用 $C_{21}H_{23}ClFN_3O$ 〔医薬品各条,「フルラゼパム」ただし，乾燥したものを定量するとき，フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）99.3 % 以上を含むもの〕

プルラナーゼ *Klebsiella pneumoniae* から得たもので，白色の結晶である．本品 1 mg は 30 単位以上を含む．ただし，本品の 1 単位はプルランを基質にして，pH 5.0, 30 ℃ で 1 分間に 1 μmol のマルトトリオースを生成する酵素量とする．

プルラナーゼ試液 プルラナーゼを水に溶かし，その活性を 1 mL 当たり 10 単位とする．

プレドニゾロン $C_{21}H_{28}O_5$ 〔医薬品各条〕

プレドニゾン $C_{21}H_{26}O_5$ 白色の結晶性の粉末で，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+167 ～ +175°（乾燥後，0.1 g, 1, 4–ジオキサン，10 mL，100 mm）．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

含量 96.0 ～ 104.0 %． 定量法 本品を乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，238 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する．

$$\text{プレドニゾン（}C_{21}H_{26}O_5\text{）の量（mg）} = \frac{A}{440} \times 20000$$

フロイント完全アジュバント 鉱物油 85 容にアラセル A 15 容の混合物 10 mL に結核菌 *Corynebacterium butyricum* のミコバクテリアの加熱死菌 5 mg を浮遊させたもの．

プロゲステロン $C_{21}H_{30}O_2$ 〔医薬品各条〕

プロスタグランジン A_1 $C_{20}H_{32}O_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末．エタノール（95）又は酢酸エチルに極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロスタグランジン A_1 以外のピークの合計面積は標準溶液のプロスタグランジン A_1 のピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は「アルプロスタジルアルファデクス」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たプロスタグランジン A_1 のピーク高さがフルスケールの 5 ～ 10 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロスタグランジン A_1 の保持時間の約 2 倍の範囲

ブロッキング剤 ウシ由来の乳たん白質を主成分とした粉末．免疫研究用．

ブロック緩衝液 ブロッキング剤 4 g を水 100 mL に溶かし，pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL を加える．

V 8 プロテアーゼ *Staphylococus aureus* 株から得たプロテアーゼ．pH 7.8, 37 ℃ において 1 分間に 1 μmol の *N*–*t*–ブトキシカルボニル–L–グルタミン酸–α–フェニルエステルを加水分解する酵素量を 1 単位とするとき，本品 1 mg は 500 ～ 1000 単位を含む．

V 8 プロテアーゼ酵素試液 V 8 プロテアーゼを水に溶かし，1 mg/mL とする．冷所に保存し，調製後 6 日以内に使用する．

1–プロパノール $CH_3CH_2CH_2OH$ 〔K 8838, 特級〕

2–プロパノール $(CH_3)_2CHOH$ 〔K 8839, 特級〕

***n*–プロパノール** 1–プロパノール を見よ．

プロパノール, イソ 2–プロパノール を見よ．

2–プロパノール, 液体クロマトグラフィー用 $(CH_3)_2CHOH$ 無色澄明，揮発性の液で特異な臭いがある．水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．沸点：約 82 ℃

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.376 ～ 1.378

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.785 ～ 0.788

純度試験

（1） 紫外吸収物質 本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，吸光度は 230 nm で 0.2 以下，250 nm で 0.03 以下，280 ～ 400 nm で 0.01 以下である．

（2） 過酸化物 本品 20 g に，あらかじめ水 100 mL 及び希硫酸 25 mL を混和した液にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）25 mL を加えた液を加える．これを密栓して振り混ぜた後，15 分間暗所に放置する．この液を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する（0.0005 % 以下）．

2–プロパノール, ビタミン A 定量用 $(CH_3)_2CHOH$ 〔K 8839, 特級．ただし，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 300 nm における吸光度は 0.05 以下，波長 320 ～ 350 nm における吸光度は 0.01 以下である．必要ならば蒸留して精製する〕

プロピオン酸 CH_3CH_2COOH 無色の液体である．

純度試験 溶状 本品 1.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.998 ～ 1.004

蒸留試験〈2.57〉 139 ～ 143 ℃, 95 vol% 以上．

プロピオン酸エチル $CH_3CH_2COOC_2H_5$ 無色澄明な液である．

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.890 ～ 0.892

プロピオン酸ジョサマイシン $C_{45}H_{73}NO_{16}$ 〔医薬品各条,「ジョサマイシンプロピオン酸エステル」〕

プロピオン酸テストステロン $C_{22}H_{32}O_3$ 〔医薬品各条，「テストステロンプロピオン酸エステル」〕

プロピオン酸ベクロメタゾン $C_{28}H_{37}ClO_7$ 〔医薬品各条，「ベクロメタゾンプロピオン酸エステル」〕

プロピルアミン，イソ $(CH_3)_2CHNH_2$ 無色の液で，アミンようの特異なにおいがある．水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.374 ～ 1.376

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.685 ～ 0.690

蒸留試験〈2.57〉 31 ～ 33 ℃，95 vol% 以上．

プロピルエーテル，イソ $(CH_3)_2CHOCH(CH_3)_2$ 無色澄明の液で，特異なにおいがある．水と混和しない．

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.368 ～ 1.369

比重〈2.56〉 d_4^{20}：0.723 ～ 0.725

プロピルチオウラシル，定量用 $C_7H_{10}N_2OS$ 〔医薬品各条，「プロピルチオウラシル」ただし，乾燥したものを定量するとき，プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）99.0 % 以上を含むもの〕

プロピレングリコール $CH_3CH(OH)CH_2OH$ 〔K 8837，特級〕

フロプロピオン 〔医薬品各条〕

フロプロピオン，定量用 $C_9H_{10}O_4$ 〔医薬品各条，「フロプロピオン」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

プロベネシド $C_{13}H_{19}NO_4S$ 〔医薬品各条〕

ブロムクレゾールグリン ブロモクレゾールグリン を見よ．

ブロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液 ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 を見よ．

ブロムクレゾールグリン試液 ブロモクレゾールグリン試液 を見よ．

ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 を見よ．

ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 を見よ．

ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液 ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 を見よ．

ブロムクレゾールパープル ブロモクレゾールパープル を見よ．

ブロムクレゾールパープル試液 ブロモクレゾールパープル試液 を見よ．

ブロムクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 を見よ．

ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素カリウム・クエン酸試液 ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 を見よ．

***N*-ブロムサクシンイミド** *N*-ブロモスクシンイミド を見よ．

***N*-ブロムサクシンイミド試液** *N*-ブロモスクシンイミド試液 を見よ．

ブロムチモールブルー ブロモチモールブルー を見よ．

ブロムチモールブルー試液 ブロモチモールブルー試液 を見よ．

ブロムチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 を見よ．

ブロムフェノールブルー ブロモフェノールブルー を見よ．

ブロムフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー試液 を見よ．

ブロムフェノールブルー試液，希 ブロモフェノールブルー試液，希 を見よ．

ブロムフェノールブルー試液，pH 7.0 ブロモフェノールブルー試液，pH 7.0 を見よ．

ブロムフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 を見よ．

ブロムワレリル尿素 $C_6H_{11}BrN_2O_2$ 〔医薬品各条，「ブロモバレリル尿素」〕

ブロモクレゾールグリン $C_{21}H_{14}Br_4O_5S$ 〔K 8840，特級〕

ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 ブロモクレゾールグリン 0.3 g 及びクリスタルバイオレット 75 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，アセトンを加えて 100 mL とする．

ブロモクレゾールグリン試液 ブロモクレゾールグリン 0.05 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 ブロモクレゾールグリン 50 mg に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.72 mL 及びエタノール（95）を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とする．

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 ブロモクレゾールグリン 0.25 g に水 15 mL 及び希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，更に少量の pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加え，振り混ぜながら溶かした後，pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 500 mL とする．この液 250 mL をジクロロメタン 100 mL ずつで 2 回洗う．必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレゾールグリン 0.2 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.8 mL を加え，乳鉢中で研和し，水を加えて 200 mL とし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 ブロモクレゾールグリン 0.15 g 及びメチルレッド 0.1 g をエタノール（99.5）180 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

ブロモクレゾールパープル $C_{21}H_{16}Br_2O_5S$ 〔K 8841，特級〕

ブロモクレゾールパープル試液 ブロモクレゾールパープル 0.05 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 ブロモクレゾールパープル 0.4 g に希水酸化ナトリウム試液 6.3 mL を加え，乳鉢中で研和し，水を加えて 250 mL とし，必要ならばろ過する．

ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 30 mL に pH 5.3 のリン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液 30 mL を加え，クロロホルム 60 mL ずつで 3 回洗う．

***N*-ブロモスクシンイミド** $C_4H_4BrNO_2$ 〔K 9553，特級〕

***N*-ブロモスクシンイミド試液** *N*-ブロモスクシンイミド 1 g を水 1000 mL に溶かす．

ブロモチモールブルー $C_{27}H_{28}Br_2O_5S$ 〔K 8842，特級〕

ブロモチモールブルー試液 ブロモチモールブルー 0.1 g を

希エタノール 100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 ブロモチモールブルーを粉末とし，その 0.2 g に希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，更に少量の水を加え，50 ℃ の水浴中で振り混ぜながら溶かした後，水を加えて 100 mL とする．

ブロモフェノールブルー $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ 〔K 8844，特級〕

ブロモフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー 0.1 g を希エタノール 100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

ブロモフェノールブルー試液，希 ブロモフェノールブルー 0.05 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．用時製する．

ブロモフェノールブルー試液，pH 7.0 ブロモフェノールブルー試液 10 mL にエタノール（95）10 mL を加える．この液に薄めた希水酸化ナトリウム試液（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整する．

0.05 % ブロモフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー 0.01 g を水に溶かし，20 mL とする．

ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 ブロモフェノールブルー 0.1 g を pH 4.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液に溶かし，100 mL とする．

L-プロリン $C_5H_9NO_2$ 〔K 9107，特級〕

フロログルシノール二水和物 $C_6H_3(OH)_3 \cdot 2H_2O$ 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉 215 ～ 219 ℃（乾燥後）．

乾燥減量〈*2.41*〉 18.0 ～ 24.0 %（1 g，105 ℃，1 時間）．

フロログルシン フロログルシノール二水和物 を見よ．

フロログルシン二水和物 フロログルシノール二水和物 を見よ．

分子量測定用低分子量ヘパリン 低分子量ヘパリン，分子量測定用 を見よ．

分子量測定用マーカーたん白質 マーカーたん白質，分子量測定用 を見よ．

分子量マーカー，テセロイキン用 リゾチーム，大豆トリプシンインヒビター，炭酸脱水酵素，卵白アルブミン，ウシ血清アルブミン及びホスホリラーゼ b をそれぞれ 0.4 mg ずつ薄めたグリセリン（1 → 2）200 μL に溶かす．

噴霧用塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 を見よ．

噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液，噴霧用 を見よ．

噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 を見よ．

噴霧用 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 を見よ．

噴霧用ドラーゲンドルフ試液 ドラーゲンドルフ試液，噴霧用 を見よ．

噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 を見よ．

噴霧用 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 を見よ．

分離ゲル，セルモロイキン用 pH 8.8 のトリス緩衝液中でアクリルアミド濃度 13.5 % 及びラウリル硫酸ナトリウム濃度 0.1 % となるようペルオキソ二硫酸アンモニウム及び *N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミンを用いて調製する．

ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{23}H_{28}O_{11} \cdot nH_2O$ 無色の粉末で，においはない．水又はメタノールに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．融点：123 ～ 125 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 20 μL につき，「シャクヤク」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

ペオノール，成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ペオノール，ただし，次の試験に適合するもの．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（274 nm）：853 ～ 934（5 mg，メタノール，1000 mL）．ただし，デシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 1 時間以上乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペオノール以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のペオノールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ボタンピ」の成分含量測定法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）10 μL から得たペオノールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）10 μL から得たペオノールのピーク高さがフルスケールの約 20 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペオノールの保持時間の約 3 倍の範囲

ペオノール，薄層クロマトグラフィー用 $C_9H_{10}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．融点：約 50 ℃

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液 10 μL につき，「ボタンピ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸六水和物 2.6 g を水に溶かし，20 mL とする（0.125 mol/L）．

ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液 ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 3 mL に水 97 mL 及びヨウ化カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加える．用時製する．

ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸六水和物 $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 〔K 8153，特級〕

ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム三水和物 $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ 〔K 8802，特級〕

ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム三水和物 1 g を水に溶かし，10 mL とする．用時製する（0.25 mol/L）．

ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム $K_3Fe(CN)_6$ 〔K 8801，特級〕

ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液　ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム 1 g を水に溶かし，10 mL とする．用時製する（0.3 mol/L）．

ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液，アルカリ性　ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム 1.65 g 及び無水炭酸ナトリウム 10.6 g を水に溶かし，1000 mL とする．遮光して保存する．

ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム　$Na_3Co(NO_2)_6$〔K 8347，特級〕

ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム試液　ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム 10 g を水に溶かして 50 mL とし，必要ならばろ過する．用時製する．

ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム

$K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4H_2O$　白色の粒又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品 1 g に水 100 mL を加え，加温して溶かした液 20 mL に，塩化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，白い結晶性の沈殿を生じる．なお，沈殿生成を促すため，ガラス棒で試験管の内壁をこする．

ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム試液　ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム 2 g に水 100 mL を加え，約 5 分間煮沸した後，速やかに冷却する．この液に水酸化カリウム溶液（3 → 20）10 mL を加え，1 日放置した後，ろ過する．

ヘキサミン　ヘキサメチレンテトラミン　を見よ．

ヘキサメチレンテトラミン　$(CH_2)_6N_4$〔K 8847，特級〕

ヘキサメチレンテトラミン試液　プラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉　を見よ．

ヘキサン　C_6H_{14}〔K 8848，特級〕

ヘキサン，液体クロマトグラフィー用　$CH_3(CH_2)_4CH_3$　無色澄明の液で，エタノール（95），クロロホルム，ジエチルエーテル又はベンゼンと混和する．沸点：約 69 ℃

純度試験

（1）　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸光度を測定するとき，波長 210 nm で 0.3 以下，250 ～ 400 nm で 0.01 以下である．

（2）　過酸化物　あらかじめ水 100 mL 及び希硫酸 25 mL を混和した液にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）25 mL 及び本品 20 g を加える．これを密栓して振り混ぜた後，15 分間暗所に放置する．この液をよく振り混ぜながら 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する（0.0005 % 以下）．

***n*–ヘキサン，液体クロマトグラフィー用**　ヘキサン，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

ヘキサン，吸収スペクトル用〔K 8848，特級〕　ただし，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸光度を測定するとき，波長 220 nm で 0.10 以下，260 nm で 0.02 以下である．また波長 260 ～ 350 nm において，吸収を認めない．

***n*–ヘキサン，吸収スペクトル用**　ヘキサン，吸収スペクトル用　を見よ．

ヘキサン，生薬純度試験用〔K 8848，特級〕　ただし，ヘキサン 300.0 mL を量り，減圧，40 ℃ 以下で濃縮し，ヘキサンを加えて正確に 1 mL とし，試料溶液とする．別に γ–BHC 2.0 mg をヘキサンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）1 μL ずつを正確にとり，次の操作条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の溶媒以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）の γ–BHC のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出感度及び面積測定範囲以外の試験条件は，生薬試験法〈*5.01*〉の純度試験（2）の試験条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）1 μL から得た γ–BHC のピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）1 μL から得た γ–BHC のピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から γ–BHC の保持時間の約 3 倍の範囲

1–ヘキサンスルホン酸ナトリウム　$C_6H_{13}NaO_3S$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（246 ～ 833 μm，H 型）15 ～ 20 mL を内径約 11 mm，高さ約 500 mm のクロマトグラフィー管に充てんしたカラムに入れ，1 分間 5 ～ 10 mL の速度で流す．次にカラムを水 50 mL ずつで 1 分間 5 ～ 10 mL の速度で 5 回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 18.82 mg $C_6H_{13}NaO_3S$

ベザフィブラート，定量用　$C_{19}H_{20}ClNO_4$〔医薬品各条，「ベザフィブラート」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

ヘスペリジン，成分含量測定用　薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン．ただし，次の試験に適合するもの．

旋光度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：　−100 ～ −120°（5 mg，メタノール，50 mL，100 mm）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 2 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヘスペリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のヘスペリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「補中益気湯エキス」の定量法（1）の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ヘスペリジンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「補中益気湯エキス」の定量法（1）の試験条件を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たヘスペリジンのピーク面積が，標準溶液 10 μL から得たヘスペリジンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{28}H_{34}O_{15}$ 白色～淡褐黄色の結晶性の粉末又は粉末である．メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 245 ℃（分解）．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（284 nm）：310 ～ 340（8 mg，メタノール，500 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 20 μL につき，「補中益気湯エキス」の確認試験（6）を準用し，試験するとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

ヘパリンナトリウム 〔医薬品各条〕

ペプシン，含糖 含糖ペプシン を見よ．

ヘプタン $CH_3(CH_2)_5CH_3$ 〔K 9701，特級〕

1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム $C_7H_{15}NaO_3S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（425 ～ 600 μm，H 型）10 mL を内径 9 mm，高さ 160 mm のクロマトグラフィー管に充てんしたカラムに入れ，1 分間約 4 mL の速度で流す．次にカラムを水 150 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度で洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 20.23 mg $C_7H_{15}NaO_3S$

ペプトン 微生物試験用に製造したもの．

ペプトン，カゼイン製 灰黄色の粉末で，特異なにおいがあるが腐敗臭はない．水に溶けるが，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けない．

乾燥減量〈2.41〉 7 % 以下（0.5 g，105 ℃，恒量）．

強熱残分〈2.44〉 15 % 以下（0.5 g）．

消化度 本品 1 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とし，次の試験を行う．

（1） 試料溶液 1 mL をとり，希エタノール 10 mL に酢酸（100）1 mL を加えた液 0.5 mL を層積するとき，境界面に輪帯又は沈殿を生じない．また，この液を振り混ぜるとき混濁しない．

（2） 試料溶液 1 mL に硫酸亜鉛七水和物飽和溶液 4 mL を加えるとき，少量の沈殿を生じる（プロテオース）．

（3）（2）の混液をろ過し，ろ液 1 mL に水 3 mL 及び臭素試液 4 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

窒素含量〈1.08〉 10 % 以上（105 ℃，恒量，乾燥後）．

ペプトン，ゼラチン製 微生物試験用に製造したもの．

ペプトン，ダイズ製 微生物試験用に製造したもの．

ペプトン，肉製 微生物試験用に製造したもの．

ヘペス緩衝液，pH 7.5 *N*–2–ヒドロキシエチルピペラジン–*N*′–2–エタンスルホン酸 2.38 g を水 90 mL に溶かし，5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整した後，水を加えて 100 mL とする．

ベヘン酸メチル $C_{23}H_{46}O_2$ 白色のリン片状結晶又は粉末で，におい及び味はない．アセトン，クロロホルム又はジエチルエーテルに溶ける．

融点〈2.60〉 54 ℃

けん化価 155.5 ～ 158.5

ヘマトキシリン $C_{16}H_{14}O_6 \cdot nH_2O$ 白色又は淡黄色～帯褐色の結晶又は結晶性粉末で，温水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，冷水に溶けにくい．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

ヘマトキシリン試液 ヘマトキシリン 1 g をエタノール（99.5）12 mL に溶かす．別に硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 20 g を温湯 200 mL に溶かし，冷後，ろ過する．両液を調製 24 時間後に合わせ，広口瓶に入れ，開栓のまま 8 時間放置後，ろ過する．

ヘリウム He 99.995 vol% 以上．

ペルオキシダーゼ 西洋ワサビから得たもので，赤褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすい．本品 1 mg は約 250 単位を含む．ただし，本品の 1 単位はピロガロールと過酸化水素を基質にして，pH 6.0，20 ℃ において 20 秒に 1 mg のプルプロガリンを生成する酵素量とする．

ペルオキシダーゼ測定用基質液 過酸化水素（30）0.195 mL，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.38 g 及びクエン酸一水和物 1.41 g を水に溶かし，300 mL とする．用時，この液 15 mL に *o*–フェニレンジアミン二塩酸塩 13 mg を溶かす．

ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' 試液 大腸菌由来たん白質基準品（たん白質として約 1 mg 相当量） 1 容量とフロイントの完全アジュバント 1 容量を混合してウサギの背部皮下及び大腿筋肉内へ 2 週間隔で 5 回免疫し，最終免疫後 10 日目に採血し，ウサギ抗血清を得る．大腸菌由来たん白質基準品をアガロースゲルに結合させた固定化大腸菌由来たん白質カラムを調製し，アフィニティーカラムクロマトグラフィーにより精製を行って得たウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体をペプシン消化により $F(ab')_2$ とし，更に，2–アミノエタンチオール塩酸塩と反応させてウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' とする．

一方，西洋ワサビペルオキシダーゼを 4–(マレイミドメチ

ル)シクロヘキシルカルボン酸-*N*-ヒドロキシコハク酸イミドエステルと反応させてマレイミド化ペルオキシダーゼとする．ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' とマレイミド化ペルオキシダーゼを 4 ℃ で混合することによりカップリング反応を行い，ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' を調製する．ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来たん白質抗体 Fab' の一定量をとり，ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を加え，定量性のある良好な検量線が得られる濃度に希釈したもの．

性状　無色澄明の液

確認試験　本品 100 μL を平底マイクロテストプレートにとり，セルモロイキン用基質緩衝液 100 μL を加えるとき，直ちに暗紫色を呈し，徐々に黄赤色に変化する．

ペルオキシダーゼ標識抗体原液　ペルオキシダーゼを結合させた抗体フラグメント（Fab') を含む 1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液．

ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン　西洋ワサビ由来ペルオキシダーゼを結合したブラジキニンを pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かした，無色～淡褐色澄明の液である．

ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液　ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン 0.08 mL，四ホウ酸ナトリウム十水和物 8 mg，ウシ血清アルブミン 8 mg 及び pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 0.8 mL に水を加えて 8 mL とした溶液の凍結乾燥品に，水 8 mL を加えて溶かす．用時製する．

ペルオキソ二硫酸アンモニウム　$(NH_4)_2S_2O_8$ 〔K 8252，特級〕

10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液　ペルオキソ二硫酸アンモニウム 1 g を水に溶かし，10 mL とする．

ペルオキソ二硫酸カリウム　$K_2S_2O_8$ 〔K 8253，特級〕

ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{14}H_{16}O_9 \cdot nH_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けない．

融点〈*2.60*〉　131 ～ 133 ℃，234 ～ 236 ℃（二重融点）．

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

ベンザルフタリド　$C_{15}H_{10}O_2$　本品は黄色の結晶性の粉末である．融点：99 ～ 102 ℃

ベンジルアルコール　$C_6H_5CH_2OH$ 〔K 8854，特級〕

***p*-ベンジルフェノール**　$C_6H_5CH_2C_6H_4OH$　白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉　80 ～ 85 ℃

ベンジルペニシリンカリウム　$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$ 〔医薬品各条〕

ベンジルペニシリンベンザチン　$C_{48}H_{64}N_6O_{12}S_2$ 〔医薬品各条，「ベンジルペニシリンベンザチン水和物」〕

ベンズアルデヒド　C_6H_5CHO 〔K 8857，特級〕

ベンゼン　C_6H_6 〔K 8858，特級〕

***N*-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩**

$C_{15}H_{22}N_4O_3 \cdot HCl$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

融点〈*2.60*〉　129 ～ 133 ℃

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15.5 ～ －17.0°（2.5 g，水，50 mL，100 mm）．

溶状　本品 0.10 g に水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

類縁物質　本品 0.10 g をとり，水 6 mL に溶かし，塩酸 4 mL を加え，沸騰水浴中で 5 分間加熱分解し，試料溶液とする．この液につき，ろ紙クロマトグラフィーにより試験を行う．試料溶液 5 μL をろ紙上にスポットする．次に水/酢酸（100)/1-ブタノール混液（5：4：1）を展開溶媒とし，約 30 cm 展開した後，ろ紙を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，紫色の単一のスポットを認める．

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 0.6 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，必要ならば 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和し，ジクロロフルオレセイン試液 4 滴を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 34.28 mg $C_{15}H_{22}N_4O_3 \cdot HCl$

***N*-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル試液**　*N*-α-ベンゾイル-L-アルギニンエチル塩酸塩 0.07 g に新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし，正確に 10 mL とする．

***N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド塩酸塩**

$C_{19}H_{22}N_6O_4 \cdot HCl$　淡黄色の結晶性粉末である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋45.5 ～ ＋48.0°（乾燥後，0.5 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，25 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.20 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素で発色するとき，単一のスポットを認める．

***N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液**

N-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド塩酸塩 0.1 g を水に溶かし，100 mL とする．

***N*-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル(γ-OR)-グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリド塩酸塩**　R が H の成分と CH_3 の成分の等量混合物であり，白色の粉末で，水に溶けにくい．

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$（316 nm）：166 ～ 184（10 mg，水，300 mL）．

ベンゾイン　$C_6H_5CH(OH)COC_6H_5$　本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である．

融点〈*2.60*〉　132 ～ 137 ℃

***p*-ベンゾキノン**　$C_6H_4O_2$　黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，刺激性のにおいがある．エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．本品は光により徐々に黒褐色に変化する．

融点〈*2.60*〉　111 ～ 116 ℃

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 0.1 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 25 mL 及び薄めた硫酸（1 → 15）25 mL を正確に加え，ヨウ化カリウム 3 g を加えて振り混ぜて溶かし，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定

〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.405 mg $C_6H_4O_2$

***p*–ベンゾキノン試液** *p*–ベンゾキノン 1 g を酢酸（100）5 mL に溶かし，エタノール（95）を加えて 100 mL とする．

ベンゾフェノン $C_6H_5COC_6H_5$ 無色の結晶で，特異なにおいがある．

融点〈2.60〉 48 ～ 50 ℃

ペンタシアノアンミン鉄（Ⅱ）酸ナトリウム *n* 水和物 $Na_3[Fe(CN)_5NH_3]\cdot nH_2O$ 〔K 8689，1 級〕

ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物 1 g を水に溶かし，20 mL とする．用時製する．

ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物 $Na_2[Fe(CN)_5(NO)]\cdot 2H_2O$ 〔K 8722，特級〕

ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物溶液（1 → 10），ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（1 → 10）及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）を等量ずつ混和し，30 分間放置し，液の色が暗赤色から黄色に変わった後，使用する．用時製する．

ペンタン $CH_3(CH_2)_3CH_3$ 無色澄明の液体である．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.620 ～ 0.630

蒸留試験〈2.57〉 35.5 ～ 37 ℃，98 vol% 以上．

1–ペンタンスルホン酸ナトリウム $C_5H_{11}NaO_3S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．水に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

水分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.2 g）．

含量 換算した脱水物に対し，99.0 % 以上． 定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，カラム（425 ～ 600 μm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H型）10 mL を内径約 9 mm，高さ約 160 mm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，1 分間約 4 mL の速度で流出する．次に水 50 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度でカラムを洗い，更に水 100 mL で同様にしてカラムを洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 17.42 mg $C_5H_{11}NaO_3S$

変法チオグリコール酸培地 無菌試験法〈4.06〉 変法チオグリコール酸培地 を見よ．

崩壊試験第 1 液 溶出試験第 1 液 を見よ．

崩壊試験第 2 液 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 250 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 118 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．この液は無色澄明で，その pH は約 6.8 である．

ホウ砂 四ホウ酸ナトリウム十水和物 を見よ．

ホウ酸 H_3BO_3 〔K 8863，ほう酸，特級〕

ホウ酸塩・塩酸緩衝液，pH 9.0 ホウ酸ナトリウム 19.0 g を水 900 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を正確に 9.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液，緩衝液用 ホウ酸 12.376 g 及び塩化カリウム 14.911 g を水に溶かし，1000 mL とする．

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 9.0 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 21.30 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 9.2 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 26.70 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 9.6 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 36.85 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 10.0 緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 43.90 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 8.4 ホウ酸 24.736 g を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に溶かし，正確に 1000 mL とする．

ホウ酸ナトリウム 四ホウ酸ナトリウム十水和物 を見よ．

ホウ酸ナトリウム，pH 測定用 四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH 測定用 を見よ．

ホウ酸・メタノール緩衝液 ホウ酸 2.1 g を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 28 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 容量とメタノール 1 容量を混和し，振り混ぜる．

抱水クロラール $CCl_3CH(OH)_2$ 〔医薬品各条〕

抱水クロラール試液 抱水クロラール 5 g を水 3 mL に溶かす．

抱水ヒドラジン ヒドラジン一水和物 を見よ．

飽和ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム試液，飽和 を見よ．

ボグリボース，定量用 $C_{10}H_{21}NO_7$ 〔医薬品各条，「ボグリボース」〕

ホスフィン酸 H_3PO_2 〔K 8440，1 級〕

ポテトエキス 微生物試験用に製造したもの．

ホノキオール $C_{18}H_{18}O_2\cdot xH_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

純度試験 本品 1 mg を量り，移動相に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．この液 10 μL につき，「コウボク」の成分含量測定法を準用し，液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりマグノロールの保持時間の 2 倍まで試験を行う．試料溶液のホノキオール以外のピークの合計面積は，溶媒ピークの面積を除いた全ピーク面積の 1/10 より大きくない．

ポリアルキレングリコール，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアルキレングリコールモノエーテル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコールエステル化物，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール 400，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール 600，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール 1500，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール 6000，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール 15000－ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリエチレングリコール 20 M，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル　$C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_nOH$　本品は白色の塊である．融点：約 40 ℃

ポリオキシエチレン（40）オクチルフェニルエーテル　オクチルフェノールに酸化エチレンを付加重合して得られる．無色又は白色～微黄色の液，ワセリン様又はろう状の物質で，わずかに特異なにおいがある．

溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は透明である．

比重〈2.56〉　d_4^{25}：1.10 ～ 1.11

pH〈2.54〉　7.0 ～ 9.5（5 w/v% ，25 ℃）．

ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60　ヒマシ油に水素を添加して得た硬化油に，酸化エチレンを付加重合させて得た非イオン性界面活性剤で，酸化エチレンの平均付加モル数は約 60 である．白色～微黄色のワセリンよう又はろうようの物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦い．酢酸エチル又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に水 10 mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，更にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2）　本品 0.2 g に硫酸水素カリウム 0.5 g を加えて加熱するとき，アクロレインようの刺激臭を発する．

（3）　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，臭素試液 5 滴を加えるとき，試液の色は消えない．

凝固点〈2.42〉　30 ～ 34 ℃

pH〈2.54〉　本品 1.0 g に水 20 mL を加え，加温して溶かした液の pH は 3.6 ～ 6.0 である．

酸価〈1.13〉　1.0 以下．

けん化価〈1.13〉　41 ～ 51

水酸基価〈1.13〉　39 ～ 49

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水分〈2.48〉　2.0 % 以下（1 g）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

貯法　気密容器．

ポリソルベート 20　主としてモノラウリン酸ソルビタンに酸化エチレンを付加重合して得られる．微黄色～黄色の液で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，5 分間煮沸した後，希塩酸を加えて酸性にするとき，油分を分離する．

（2）　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，臭素試液 5 滴を加えるとき，試液の赤色は，消えない．

（3）　本品 5 g をとり，けん化価測定法に準じてけん化した後，エタノールを十分に留去する．これを水 50 mL に溶かした後，塩酸酸性（メチルオレンジ）とし，ジエチルエーテル 30 mL で 2 回抽出する．ジエチルエーテル層を合わせ，水 20 mL ずつで洗液が中性となるまで洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去し，残留物の酸価を測定するとき 275 ～ 285 である．ただし，けん化には 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を用いる．

酸価〈1.13〉　4.0 以下．

けん化価〈1.13〉　43 ～ 55

乾燥減量〈2.41〉　3.0 % 以下（5 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分　本品約 3 g を精密に量り，初めは弱く加熱し，徐々に赤熱（800 ～ 1200 ℃）して完全に灰化する．炭化物が残るときは，熱湯を加えて浸出し，定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過し，残留物をろ紙と共に赤熱する．これにろ液を加えた後，蒸発乾固し，炭化物がなくなるまで注意しながら赤熱する．なお，炭化物が残るときは，エタノール（95）15 mL を加え，ガラス棒で炭化物を砕き，エタノールを燃焼させ，更に注意しながら赤熱する．これをデシケーター（シリカゲル）中で放冷した後，質量を精密に量るとき，残分は 1.0 % 以下である．

ポリソルベート 80　〔医薬品各条〕

ポリビニルアルコール　$(-CH_2CHOH-)_n$　〔K 9550，特級〕

ポリビニルアルコール I　無色～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，味はない．エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．本品に水を加えて加熱するとき，澄明な粘性の液となる．本品は吸湿性である．

粘度〈2.53〉　25.0 ～ 31.0 mm^2/s　本品を乾燥し，その 4.000 g を量り，水 95 mL を加え，30 分間放置した後，冷却器を付け水沿上で 2 時間かき混ぜながら加熱して溶かす．冷後，水を加えて 100.0 g とし，混和する．静置して泡を除き，20 ± 0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法によって試験を行う．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 8.0 である．

溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に加え，よくかき混ぜて分散させた後，60 ～ 80 ℃ で 2 時間加温し，冷却するとき，液は無色澄明である．

けん化度 98.0 ～ 99.0 mol% 本品を乾燥し，その約 3.0 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 100 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，密栓して 2 時間放置する．次に 0.05 mol/L 硫酸 30 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．ただし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量が 25 mL 以上の場合は，試料約 2.0 g をとる．

$$\text{けん化度（mol\%）} = 100 - \frac{44.05A}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{0.6005 \times (a - b)f}{\text{試料の秤取量（g）}}$$

a：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：空試験における 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
f：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

ポリビニルアルコールII 無色～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，味はない．エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．本品に水を加えて加温するとき，澄明な粘性の液となる．本品は吸湿性である．

粘度〈2.53〉 4.6 ～ 5.4 mm^2/s 本品を乾燥し，その 4.000 g を量り，水 95 mL を加え，30 分間放置した後，60 ～ 80 ℃ で 2 時間かき混ぜて溶かす．冷後，水を加えて 100.0 g とし，混和する．静置して泡を除き，20±0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法によって試験を行う．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 5.0～ 8.0 である．

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加え，よくかき混ぜて分散させた後，水浴上で 2 時間加熱し，冷却するとき，液は無色澄明である．

けん化度 86.5 ～ 89.5 mol% 本品を乾燥し，その約 2.0 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 100 mL を加え，2 時間かき混ぜながら加温する．冷後，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，密栓して 2 時間放置する．次に 0.25 mol/L 硫酸 30 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

$$\text{けん化度（mol\%）} = 100 - \frac{44.05A}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{3.0025 \times (a - b)f}{\text{試料の秤取量（g）}}$$

a：0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
f：0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液のファクター

ポリビニルアルコール試液 ポリビニルアルコール 0.50 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．

ホルマリン ホルムアルデヒド液 を見よ．

ホルマリン試液 ホルムアルデヒド液試液 を見よ．

ホルマリン・硫酸試液 ホルムアルデヒド液・硫酸試液 を見よ．

2-ホルミル安息香酸 $CHOC_6H_4COOH$ 本品は白色の結晶である．融点：97 ～ 99 ℃

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し（減圧，酸化リン（V），3 時間），その約 0.3 g を精密に量り，新たに煮沸し，冷却した水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールレッド試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 15.01 mg $C_8H_6O_3$

ホルムアミド $HCONH_2$〔K 8873，特級〕

ホルムアミド，水分測定用 $HCONH_2$〔K 8873，特級，ただし，本品 1 g 中の水分は 1 mg 以下とする〕

ホルムアルデヒド液 HCHO〔K 8872，特級〕

ホルムアルデヒド液試液 ホルムアルデヒド液 0.5 mL に水を加えて 100 mL とする．

ホルムアルデヒド液・硫酸試液 ホルムアルデヒド液 1 滴を硫酸 1 mL に加える．用時製する．

マイクロプレート ポリスチレン製のプレートで，1 枚に内径 7（上端）～ 6.4（下端）mm，深さ 11.3 mm で，底面の平らな逆円錐台形のウェル 96 個を有するもの．

マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液，マイクロプレート洗浄用 を見よ．

前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用 を見よ．

前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用 を見よ．

マーカーたん白質，セルモロイキン分子量測定用 分子量既知のマーカーたん白質で，分子量測定用に調整したもの〔6 成分：ホスホリラーゼ b，ウシ血清アルブミン，オボアルブミン，炭酸脱水酵素，大豆トリプシンインヒビター，リゾチーム〕10 μL に 1 mL 当たり 2 mg を含むよう調製したチトクロム c を 10 μL 加え，セルモロイキン用試料用緩衝液で 10 倍に薄める．

確認試験 本品を試料溶液とする．別に，1 mL 当たりチトクロム c をたん白質含量として 100 μg を含む液となるように注射用蒸留水を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつにつき，「セルモロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（3）の試験条件で SDS-ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行うとき，試料溶液は 7 個の主泳動帯を示す．更に，試料溶液のチトクロム c は，標準溶液から得た泳動帯の移動度に一致する．

マグネシア試液 塩化マグネシウム六水和物 5.5 g 及び塩化アンモニウム 7 g を水 65 mL に溶かし，アンモニア試液 35 mL を加え，瓶に入れて密栓し数日間放置してろ過する．液が澄明でないときは使用前にろ過する．

マグネシウム Mg〔K 8875，特級〕

マグネシウム粉末 Mg〔K 8876，特級〕

マグネシウム末 マグネシウム粉末 を見よ．

マグネソン〔K 8879，特級〕

マグネソン試液　マグネソン 0.1 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 100 mL に溶かす．

マグノロール，成分含量測定用　$C_{18}H_{18}O_2$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．メタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．融点：約 102 ℃

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（290 nm）：270 ～ 293（0.01 g，メタノール，500 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 1 時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）本品 1.0 mg をとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かした液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．この液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/アセトン/酢酸（100）混液（20：15：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

（2）本品 5.0 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマグノロール以外のピークの合計面積は標準溶液のマグノロールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「コウボク」の成分含量測定法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たマグノロールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液 10 μL から得たマグノロールのピーク高さがフルスケールの約 20 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からマグノロールの保持時間の約 3 倍の範囲

マクロゴール 600　$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$，$n$ = 11 ～ 13　無色澄明の粘性の液又は白色ワセリンようの固体で，わずかに特異なにおいがある．水，エタノール（95），アセトン又はマクロゴール 400 に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，石油ベンジンにほとんど溶けない．凝固点：18 ～ 23 ℃

平均分子量：「マクロゴール 400」の平均分子量試験を準用し，試験を行うとき，平均分子量は 570 ～ 630 である．

麻酔用エーテル　エーテル，麻酔用　を見よ．

マラカイトグリーン　マラカイトグリーンシュウ酸塩　を見よ．

マラカイトグリーンシュウ酸塩　$C_{52}H_{54}N_4O_{12}$　〔K 8878，マラカイトグリーン（しゅう酸塩），特級〕

マルトース　マルトース水和物　を見よ．

マルトース水和物　$C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$　〔医薬品各条〕

4-(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸-*N*-ヒドロキシコハク酸イミドエステル　$C_{16}H_{18}N_2O_6$　無色結晶，酸及びアルカリにより分解される．

マレイン酸　$C_4H_4O_4$　〔K 8884，特級〕

マレイン酸クロルフェニラミン　$C_{16}H_{19}ClN_2\cdot C_4H_4O_4$　〔医薬品各条，「クロルフェニラミンマレイン酸塩」〕

マレイン酸ペルフェナジン，定量用　$C_{21}H_{26}ClN_3OS\cdot 2C_4H_4O_4$　〔医薬品各条，「ペルフェナジンマレイン酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS\cdot 2C_4H_4O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

マレイン酸メチルエルゴメトリン，定量用　$C_{20}H_{25}N_3O_2\cdot C_4H_4O_4$　〔医薬品各条，「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2\cdot C_4H_4O_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

マロン酸ジメチル　$C_5H_8O_4$　無色～微黄色澄明な液体．

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：1.152 ～ 1.162

水分〈*2.48*〉　0.3 % 以下．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下．

D-マンニトール　$C_6H_{14}O_6$　〔医薬品各条〕

D-マンノース　$C_6H_{12}O_6$　白色の結晶又は結晶性の粉末で，水に極めて溶けやすい．融点：約 132 ℃（分解）．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+13.7 ～ +14.7°（4 g，薄めたアンモニア試液（1 → 200），20 mL，100 mm）．

ミオグロビン　ウマ心筋より得られたヘムたん白質で，白色の結晶性粉末であり，ミオグロビンは総たん白質の 95 % 以上である．

ミツロウ　〔医薬品各条〕

ミリスチン酸イソプロピル　$C_{17}H_{34}O_2$　無色澄明の油状液体で，においはない．約 5 ℃ で凝固する．90 % アルコールに溶け，多くの有機溶媒及び固形油に混じりやすく，水，グリセリン及びプロピレングリコールには溶けない．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.432 ～ 1.436

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.846 ～ 0.854

けん化価〈*1.13*〉　202 ～ 212

酸価〈*1.13*〉　1 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　1 以下．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用　$C_{17}H_{34}O_2$　ミリスチン酸イソプロピル 100 mL を遠心沈殿管に入れ，2 回蒸留した水 100 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜる．次に毎分 1800 回転で 20 分間遠心分離し，上澄液（ミリスチン酸イソプロピル層）を分取する．残りの水層の pH が 5.5 以上のとき，上澄液を次のように処理する．20 mm×20 cm のガラス製カラムに活性アルミナを 15 cm の高さまで入れ，このカラムに pH 試験に適合したミリスチン酸イソプロピル 500 mL を通す．この際，その通過を適度に保つためにわずかに陽圧にして流した後，更にそのミリスチン酸イソプロピルをろ過滅菌により製する．

無アルデヒドエタノール　エタノール，無アルデヒド　を見よ．

無菌試験用チオグリコール酸培地 I　液状チオグリコール酸培地　を見よ．

無菌試験用チオグリコール酸培地 II　変法チオグリコール酸培地　を見よ．

無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地　ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地　を見よ．

無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル　ミリスチリン酸イソプロピル，無菌試験用　を見よ．

無水亜硫酸ナトリウム　亜硫酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水エタノール　エタノール（99.5）　を見よ．

無水エーテル　ジエチルエーテル，無水　を見よ．

無水塩化第二鉄・ピリジン試液　塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液，無水　を見よ．

無水塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液　塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液，無水　を見よ．

無水カフェイン　カフェイン，無水　を見よ．

無水コハク酸　$C_4H_4O_3$　白色～微黄白色の結晶又はフレーク状で，においはない．水にやや溶けやすく，熱湯に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　0.005 % 以下．

（2）　鉄〈*1.10*〉　0.001 % 以下．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 1 g を精密に量り，水 50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で適定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 50.04 mg $C_4H_4O_3$

無水酢酸　$(CH_3CO)_2O$　〔K 8886，特級〕

無水酢酸ナトリウム　酢酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水酢酸・ピリジン試液　無水酢酸 25 g を 100 mL のメスフラスコに入れ，ピリジンを加えて 100 mL とする．よく混ぜ，外気に触れないようにして，遮光して保存する．この液は保存中に着色するが使用に差し支えない．

無水ジエチルエーテル　ジエチルエーテル，無水　を見よ．

無水炭酸カリウム　炭酸カリウム　を見よ．

無水炭酸ナトリウム　炭酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水トリフルオロ酢酸，ガスクロマトグラフィー用　$(CF_3CO)_2O$　無色澄明の刺激臭のある液体である．

沸点〈*2.57*〉　40 ～ 45 ℃

無水乳糖　$C_{12}H_{22}O_{11}$　〔医薬品各条〕

無水ヒドラジン，アミノ酸分析用　アミノ酸分析用に製造したもの．

無水ピリジン　ピリジン，無水　を見よ．

無水フタル酸　$C_8H_4O_3$　〔K 8887，特級〕

無水メタノール　メタノール，無水　を見よ．

無水硫酸銅　硫酸銅（Ⅱ）　を見よ．

無水硫酸ナトリウム　硫酸ナトリウム，無水　を見よ．

無水リン酸一水素ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，無水　を見よ．

無水リン酸水素二ナトリウム　リン酸水素二ナトリウム，無水　を見よ．

無水リン酸一水素ナトリウム，pH 測定用　リン酸水素二ナトリウム，pH 測定用　を見よ．

無水リン酸二水素ナトリウム　リン酸二水素ナトリウム，無水　を見よ．

無ヒ素亜鉛　亜鉛，ヒ素分析用　を見よ．

ムレキシド　$C_8H_8N_6O_6$　赤紫色の粉末で，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

純度試験　溶状　本品 10 mg を水 100 mL に溶かすとき，液は澄明である．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

鋭敏度　本品 10 mg を pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とし，試料溶液とする．別に，薄めたカルシウム標準液（1 → 10）5 mL に pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL 及び水を加えて 25 mL とし，水酸化ナトリウム試液で pH 11.3 に調整する．この液に試料溶液 2 mL を加え，水を加えて 50 mL とするとき，液の色は赤紫色を呈する．

ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬　ムレキシド 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ，均質になるまですりつぶして製する．

貯法　遮光して保存する．

メグルミン　$C_7H_{17}NO_5$　〔医薬品各条〕

メサコニチン，純度試験用　$C_{33}H_{45}NO_{11}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．アセトニトリル又はエタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3510 cm^{-1}，1713 cm^{-1}，1277 cm^{-1}，1116 cm^{-1}，1098 cm^{-1} 及び 717 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（230 nm）：211 ～ 247（5 mg，エタノール（99.5），200 mL）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（Ⅴ），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

純度試験　類縁物質

（1）　本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（2）　本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のメサコニチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメサコニチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する．

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（9：1）

流量：メサコニチンの保持時間が約 19 分になるように調整する．

面積測定範囲：メサコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメサコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たメサコニチンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：純度試験用アコニチン，純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水分〈2.48〉 1.0 % 以下（5 mg，電量滴定法）．ただし，デシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），40 ℃）で 12 時間以上乾燥したもの．

メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$　本品は微帯黄白色の粉末で，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けにくい．融点：約 190 ℃（分解）．

純度試験　類縁物質　本品 6 mg をとり，クロロホルム/メタノール混液（9:1）100 mL を正確に加えて溶かした液 5 μL につき，「ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

メシル酸ベタヒスチン　$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$〔医薬品各条，「ベタヒスチンメシル酸塩」〕

メシル酸ベタヒスチン，定量用　$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$〔医薬品各条，「ベタヒスチンメシル酸塩」ただし，乾燥したものを定量するとき，ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）99.0 % 以上を含むもの〕

メタクレゾールパープル　$C_{21}H_{18}O_5S$〔K 8889，特級〕

メタクレゾールパープル試液　メタクレゾールパープル 0.10 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 13 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

メタ重亜硫酸ナトリウム　二亜硫酸ナトリウム　を見よ．

メタ重亜硫酸ナトリウム試液　二亜硫酸ナトリウム試液　を見よ．

メタニルイエロー　$C_{18}H_{14}N_3NaO_3S$　黄褐色の粉末で，水にやや溶けにくく，エタノール（95）又は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けにくい．

メタニルイエロー試液　メタニルイエロー 0.1 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 200 mL に溶かす．

メタノール　CH_3OH〔K 8891，特級〕

メタノール，液体クロマトグラフィー用　CH_3OH　無色澄明の液で，水と混和する．

純度試験　紫外吸収物質　本品につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 210 nm，220 nm，230 nm，240 nm 及び 254 nm における吸光度はそれぞれ 0.70，0.30，0.15，0.07 及び 0.02 以下である．

メタノール，水分測定用　水分測定法〈2.48〉　を見よ．

メタノール，精製　メタノールを新たに蒸留する．

メタノール不含エタノール　エタノール（95），メタノール不含　を見よ．

メタノール不含エタノール（95）　エタノール（95），メタノール不含　を見よ．

メタノール，無水　CH_4O　メタノール 1000 mL にマグネシウム粉末 5 g を加えて製する．必要ならば，塩化水銀（Ⅱ）試液 0.1 mL を加えて反応を開始する．ガスの発生が止んだ後，この液を蒸留し，留出液を湿気を避けて保存する．本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする．

メタリン酸　HPO_3〔K 8890，メタりん酸，特級〕

メタリン酸・酢酸試液　メタリン酸 15 g に酢酸（100）40 mL 及び水を加えて溶かし，500 mL とする．冷所に保存する．2 日以内に使用する．

メタンスルホン酸　CH_3SO_3H　無色澄明の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，特異なにおいがある．水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

凝固点〈2.42〉 15 ～ 20 ℃

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.483 ～ 1.488

含量　99.0 % 以上．　定量法　本品約 2 g を精密に量り，水 40 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 96.11 mg CH_3SO_3H

メタンスルホン酸カリウム　CH_3SO_3K　白色の結晶又は結晶性の粉末である．

純度試験　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色透明である．

含量　98.0 % 以上．　定量法　本品約 0.1 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 20 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.42 mg CH_3SO_3K

メタンスルホン酸試液　メタンスルホン酸 35 mL に酢酸（100）20 mL 及び水を加えて，500 mL とする．

メタンスルホン酸試液，0.1 mol/L　メタンスルホン酸 4.8 g に水を加えて，500 mL とする．

メチオニン　$C_5H_{11}NO_2S$〔医薬品各条，「L-メチオニン」〕

2-メチルアミノピリジン　$C_6H_8N_2$　淡黄色の液体である．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.050 ～ 1.065

沸点〈2.57〉 200 ～ 202 ℃

水分〈2.48〉 本品 1 g 中，水分は 1 mg 以下である．

メチルイエロー　メチルエロー　を見よ．

メチルイエロー試液　メチルエロー試液　を見よ．

メチルイソブチルケトン　4-メチル-2-ペンタノン　を見よ．

メチルエチルケトン　2-ブタノン　を見よ．

メチルエロー　$C_{14}H_{15}N_3$〔K 8494，特級〕

メチルエロー試液 メチルエロー 0.1 g をエタノール（95）200 mL に溶かす．

メチルオレンジ $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ 〔K 8893，特級〕

メチルオレンジ・キシレンシアノール FF 試液 メチルオレンジ 1 g 及びキシレンシアノール FF 1.4 g を希エタノール 500 mL に溶かす．

メチルオレンジ試液 メチルオレンジ 0.1 g を水 100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

メチルオレンジ・ホウ酸試液 メチルオレンジ 0.5 g 及びホウ酸 5.2 g に水 500 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，クロロホルム 50 mL ずつで 3 回洗う．

メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

メチルセロソルブ 2-メトキシエタノール を見よ．

メチルチモールブルー $C_{37}H_{43}N_2NaO_{13}S$ 〔K 9552，特級〕

メチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬 メチルチモールブルー 0.25 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ，均質になるまですりつぶし，製する．

メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 メチルチモールブルー 0.1 g と硝酸カリウム 9.9 g を混ぜ，均質になるまで注意してすりつぶし，製する．

鋭敏度 本品 0.02 g を 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 100 mL に溶かすとき，液の色はわずかに青色である．次にこの液に 0.01 mol/L 塩化バリウム液 0.05 mL を加えるとき，青色を呈し，更に 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は無色となる．

メチルテストステロン $C_{20}H_{30}O_2$ 〔医薬品各条〕

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール $C_2H_4N_4S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉 125 ～ 129 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 222 ～ 226 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき，波数 3060 cm^{-1}，2920 cm^{-1}，2780 cm^{-1}，1500 cm^{-1}，1430 cm^{-1} 及び 1410 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をとり，水 100 mL を正確に加えて溶かした液 1 μL につき，「セフメタゾールナトリウム」の純度試験（4）を準用して試験を行うとき，R_f 値約 0.77 の主スポット以外のスポットを認めない．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール，液体クロマトグラフィー用 $C_2H_4N_4S$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，メタノールに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

融点〈*2.60*〉 123 ～ 127 ℃

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），2 時間）．

含量 99.0 % 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし，0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 11.61 mg $C_2H_4N_4S$

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオラートナトリウム $C_2H_3N_4NaS \cdot 2H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉 90 ～ 94 ℃

純度試験 類縁物質 本品 10 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸（100）混液（10：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

メチルドパ $C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$ 〔医薬品各条，「メチルドパ水和物」〕

メチルドパ，定量用 $C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$ 〔医薬品各条，「メチルドパ水和物」ただし，乾燥したものを定量するとき，メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

2-メチル-5-ニトロイミダゾール，薄層クロマトグラフィー用 $C_4H_5N_3O_2$ 白色の結晶性の粉末で，水又はアセトンに溶けにくい．融点：約 253 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 40 mg をアセトン 8 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，「メトロニダゾール」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

***N*-メチルピロリジン** $C_5H_{11}N$ 無色澄明の液体で特異なにおいがある．

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（2 → 25）につき，核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 2.3 ppm 付近に強度の大きいシグナルを示す．

含量 95 % 以上． 定量法 ビーカーに水 30 mL を入れ，質量を精密に量る．本品約 0.15 g を滴下し，再び質量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 8.515 mg $C_5H_{11}N$

3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン $C_{10}H_{10}N_2O$ 〔K 9548，特級〕

3-メチル-1-ブタノール $C_5H_{12}O$ 〔K 8051，特級〕

メチルプレドニゾロン $C_{22}H_{30}O_5$ 〔医薬品各条〕

2-メチル-1-プロパノール $(CH_3)_2CHCH_2OH$ 〔K 8811，特級〕

D-(+)-α-メチルベンジルアミン $C_6H_5CH(CH_3)NH_2$ アミン臭のある無色～微黄色澄明の液体で，エタノール（95）及びアセトンに極めて溶けやすく，水に溶けにくい．

屈折率〈*2.45*〉 n_D^{20}：1.524 ～ 1.529

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+37 ～ +41°（50 mm）

純度試験 本品 0.6 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を

自動積分法により測定し，面積百分率法によりD−(＋)−α−メチルベンジルアミンの量を求めるとき，98.0 % 以上である．

操作条件

検出感度：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M 及び水酸化カリウムを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ 10 % 及び 5 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：140 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：D−(＋)−α−メチルベンジルアミンの保持時間が約 5 分となるように調整する．

カラムの選定：本品 5 mL にピリジン 1 mL を加え，この液 0.6 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピリジン，D−(＋)−α−メチルベンジルアミンの順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：本品 0.6 μL から得たD−(＋)−α−メチルベンジルアミンのピーク高さがフルスケールの約 90 % となるように調整する．

面積測定範囲：D−(＋)−α−メチルベンジルアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

4−メチル−2−ペンタノン　$CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$〔K 8903，特級〕

4−メチルペンタン−2−オール　$C_6H_{14}O$　無色澄明で，揮発性の液である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：約 1.411

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：約 0.802

沸点〈2.57〉　約 132 ℃

3−*O*−メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用　$C_{11}H_{15}NO_4$

純度試験　類縁物質　本品 5 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とした液 20 μL につき，「メチルドパ水和物」の純度試験（5）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない．

メチルレッド　$C_{15}H_{15}N_3O_2$〔K 8896，特級〕

メチルレッド試液　メチルレッド 0.1 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．

メチルレッド試液，希　メチルレッド 25 mg をエタノール（99.5）100 mL に溶かし，必要ならばろ過する．用時製する．

メチルレッド試液，酸又はアルカリ試験用　メチルレッド 0.1 g に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 7.4 mL，又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 3.7 mL を加え，乳ばちですり混ぜて溶かした後，新たに煮沸して冷却した水を加えて 200 mL とする．

貯法　遮光した共栓瓶に保存する．

メチルレッド・メチレンブルー試液　メチルレッド 0.1 g 及びメチレンブルー 0.1 g をエタノール（95）に溶かし，100 mL とする．必要ならばろ過する．

貯法　遮光して保存する．

***N*,*N*′−メチレンビスアクリルアミド**　$CH_2(NHCOCHCH_2)_2$

白色の結晶性粉末である．

含量　97.0 % 以上．

メチレンブルー　$C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$〔K 8897，特級〕

メチレンブルー・過塩素酸カリウム試液　過塩素酸カリウム溶液（1 → 1000）500 mL に振り混ぜながらメチレンブルー溶液（1 → 100）をわずかに混濁が生じるまで滴加する．液を放置した後，上澄液をろ過する．

メチレンブルー試液　メチレンブルー 0.1 g を水に溶かし，100 mL とする．必要ならばろ過する．

メチレンブルー・硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液　メチレンブルー溶液（1 → 1000）30 mL に水 500 mL，硫酸 6.8 mL 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 50 g を加えて溶かし，更に水を加えて 1000 mL とする．

滅菌精製水　精製水，滅菌　を見よ．

2−メトキシエタノール　$CH_3OCH_2CH_2OH$〔K 8895，特級〕

1−メトキシ−2−プロパノール　$C_4H_{10}O_2$　無色澄明な液体である．

溶状　本品 5 mL に水 20 mL を加え，かき混ぜるとき，液は澄明である．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.402 ～ 1.405

比重〈2.56〉　d_4^{20}：0.920 ～ 0.925

水分〈2.48〉　0.5 % 以下（5 g）．

含量　98.0 % 以上（ガスクロマトグラフィー〈2.02〉）．定量法は，補正面積百分率法を用いる．

操作条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分 20 mL

4−メトキシベンズアルデヒド　$C_8H_8O_2$　無色〜淡黄色澄明の液で，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和し，水にはほとんど溶けない．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：1.123 ～ 1.129

含量　97.0 % 以上．　定量法　本品約 0.8 g を精密に量り，ヒドロキシルアミン試液 7.5 mL を正確に加え，よく振り混ぜて，30 分間放置した後，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 塩酸 1 mL ＝ 68.08 mg $C_8H_8O_2$

4−メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液　4−メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL に酢酸（100）を加えて 100 mL とする．

4−メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液　エタノール（95）9 mL に 4−メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL 及び硫酸 0.5 mL を加え，よく混和する．

メトクロプラミド，定量用　$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$〔医薬品各条，「メトクロプラミド」ただし，乾燥したものを定量するとき，メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

メトロニダゾール　$C_6H_9N_3O_3$〔医薬品各条〕

メトロニダゾール，定量用　$C_6H_9N_3O_3$〔医薬品各条，「メトロニダゾール」ただし，次の試験に適合するもの〕

類縁物質　本品 25 mg を水/メタノール混液（4：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメトロニダゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のメトロニダゾールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「メトロニダゾール錠」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メトロニダゾールの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメトロニダゾールのピーク面積が標準溶液のメトロニダゾールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：「メトロニダゾール錠」の定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトロニダゾールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

メフルシド，定量用　$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$〔医薬品各条，「メフルシド」ただし，乾燥したものを定量するとき，メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）99.0 % 以上を含むもの〕

2-メルカプトエタノール　$HSCH_2CH_2OH$　本品は無色澄明の液である．

比重〈2.56〉　d_4^{20}：1.112 ～ 1.117

含量　97.0 % 以上．　定量法　本品 0.6 μL につき，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により次の条件で試験を行う．得られたガスクロマトグラムにつき，自動積分法により，それぞれの成分のピーク面積を測定する．

$$\text{含量} = \frac{\text{2-メルカプトエタノールのピーク面積}}{\text{それぞれの成分のピーク面積の総和}} \times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコンポリマーをシラン処理した 177 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約 50 mL の一定量で 2-メルカプトエタノールの保持時間が 3 ～ 4 分になるように調整する．

測定範囲：2-メルカプトエタノールの保持時間の 7 倍まで測定する．

メルカプト酢酸　$HSCH_2COOH$〔K 8630，特級〕　アンプルに入れ，冷暗所に保存する．長時間の保存に耐えない．

メルカプトプリン　$C_5H_4N_4S \cdot H_2O$〔医薬品各条，「メルカプトプリン水和物」〕

綿実油　*Gossypium hirsutum* Linné（*Gossypium*）又はその他同属植物の産生する種子から得た不揮発性の脂肪油を精製したものである．微黄色の油状の液体で，においはない．クロロホルム，ジエチルエーテル，ヘキサン又は二硫化炭素と混和する．エタノール（95）に溶けにくい．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.472 ～ 1.474

比重〈2.56〉　d_{25}^{25}：0.915 ～ 0.921

酸価〈1.13〉　0.5 以下．

けん化価〈1.13〉　190 ～ 198

ヨウ素価〈1.13〉　103 ～ 116

メントール　$C_{10}H_{20}O$〔医薬品各条，「*dl*-メントール」又は「*l*-メントール」〕

***l*-メントール，定量用**　$C_{10}H_{20}O$〔医薬品各条，「*l*-メントール」ただし，定量するとき，*l*-メントール（$C_{10}H_{20}O$）99.0 % 以上を含むほか，次の試験に適合するもの

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－48.0 ～ －51.0°（2.5 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g を，ジクロロメタン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液及び標準溶液（1）5 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の *l*-メントール以外のピークの合計面積は標準溶液（1）の *l*-メントールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ハッカ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）5 μL から得た *l*-メントールのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）5 μL から得た *l*-メントールのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から *l*-メントールの保持時間の約 2 倍の範囲〕

没食子酸　没食子酸一水和物　を見よ．

没食子酸一水和物　$C_6H_2(OH)_3COOH \cdot H_2O$　白色～微黄白色の結晶又は粉末である．融点：約 260 ℃（分解）．

モノエタノールアミン　2-アミノエタノール　を見よ．

モリブデン酸アンモニウム　七モリブデン酸六アンモニウム四水和物　を見よ．

モリブデン酸アンモニウム試液　七モリブデン酸六アンモニウム試液　を見よ．

モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液　七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液　を見よ．

モリブデン酸ナトリウム　モリブデン（Ⅵ）酸二ナトリウム二水和物　を見よ．

モリブデン（Ⅵ）酸二ナトリウム二水和物　$Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$〔K 8906，特級〕

3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸　$C_7H_{15}NO_4S$　白色の結晶性粉末で，水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

融点〈*2.60*〉　275 ～ 280 ℃

3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸緩衝液，0.02 mol/L，pH 7.0　3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸 4.2 g を水 900 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を用いて pH 7.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸緩衝液，0.02 mol/L，pH 8.0　3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸 4.2 g を水 700 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液を用いて pH 8.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸緩衝液，0.1 mol/L，pH 7.0　3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸 20.92 g を水 900 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を用いて pH 7.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体　大腸菌由来たん白質基準品（たん白質として約 1 mg 相当量）1 容量とフロイントの完全アジュバント 1 容量を混合してヤギの背部皮下へ 2 週間隔で 5 回免疫し，最終免疫後 10 日目に採血し，ヤギ抗血清を得る．大腸菌由来たん白質基準品をセファロース 4B に結合させた固定化大腸菌由来たん白質カラムを調製し，アフィニティーカラムクロマトグラフィーにより精製を行う．

性状　無色澄明の液．

確認試験　非還元条件下でラウリル硫酸ナトリウム加ポリアクリルアミド・ゲル電気泳動を行うとき，主泳動帯の分子量は，1.30×10^5 ～ 1.70×10^5 の範囲内にある．

たん白質含量　「セルモロイキン（遺伝子組換え）」の定量法（1）により，たん白質含量を求めるとき，1 mL 当たりのたん白質含量は 0.2 ～ 1.0 mg である．

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体試液　1 mL 当たりヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体をたん白質含量として 50 μg を含む液となるように pH 9.6 の 0.1 mol/L 炭酸塩緩衝液を加えて，調整する．

ユビキノン-9　本品は黄色～だいだい色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

融点〈*2.60*〉　約 44 ℃

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(275 nm)：163 ～ 190（エタノール(99.5)）．

ヨウ化亜鉛デンプン試液　水 100 mL を煮沸し，これにヨウ化カリウム 0.75 g を水 5 mL に溶かした液及び塩化亜鉛 2 g を水 10 mL に溶かした液を加え，液が沸騰している間にデンプン 5 g を水 30 mL に均質に懸濁した液をかき混ぜながら加え，2 分間煮沸した後，冷却する．

感度　0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL，水 500 mL 及び塩酸 10 mL の混液に浸したガラス棒を本液に接するとき，明らかに青色を呈する．

貯法　密栓して冷所に保存する．

溶解アセチレン　C_2H_2〔K 1902〕

ヨウ化イソプロピル，定量用　C_3H_7I　無色澄明の液で，光によりヨウ素を遊離して褐色となる．エタノール（95），ジエチルエーテル又は石油ベンジンと混和し，水と混和しない．蒸留して 89.0 ～ 89.5 ℃ の留分を用いる．

比重〈*2.56*〉　d_4^{20}：1.700 ～ 1.710

純度試験　本品 1 μL につき，「ヒプロメロース」の定量法の条件で，ガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりヨウ化イソプロピルの量を求めるとき，99.8 % 以上である．ただし，検出感度は本品 1 μL から得たヨウ化イソプロピルのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する．

含量　98.0 % 以上．　定量法　褐色メスフラスコにエタノール（95）10 mL を入れ，その質量を精密に量り，これに本品 1 mL を加え再び精密に量る．次にエタノール(95) を加えて正確に 100 mL とし，その 20 mL を褐色メスフラスコに正確に量り，0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加え，更に硝酸 2 mL を加えて栓をし，2 時間暗所で時々振り混ぜた後，暗所で一夜放置する．次に 2 時間時々振り混ぜた後，水を加えて正確に 100 mL とし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 17.00 mg C_3H_7I

ヨウ化エチル　ヨードエタン　を見よ．

ヨウ化カリウム　KI〔K 8913，よう化カリウム，特級〕

ヨウ化カリウム，定量用　KI〔医薬品各条，「ヨウ化カリウム」〕

ヨウ化カリウム試液　ヨウ化カリウム 16.5 g を水に溶かし，100 mL とする．遮光して保存する．用時製する(1 mol/L)．

ヨウ化カリウム試液，濃　ヨウ化カリウム 30 g に水 70 mL を加えて溶かす．用時製する．

貯法　遮光して保存する．

ヨウ化カリウム試液，飽和　ヨウ化カリウム 20 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に飽和する．用時製する．

ヨウ化カリウムデンプン試液　ヨウ化カリウム 0.5 g を新たに製したデンプン試液 100 mL に溶かす．用時製する．

ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液　ヨウ化カリウム 5 g，硫酸亜鉛七水和物 10 g 及び塩化ナトリウム 50 g を溶かし，200 mL とする．

ヨウ化水素酸　HI〔K 8917，よう化水素酸，特級〕

ヨウ化ビスマスカリウム試液　L-酒石酸 10 g を水 40 mL に溶かし，これに次硝酸ビスマス 0.85 g を加えて 1 時間振り混ぜ，ヨウ化カリウム溶液（2 → 5）20 mL を加え，よく振り混ぜ，24 時間放置した後，ろ過し，A 液とする．L-酒石酸 10 g を水 50 mL に溶かした液に A 液 5 mL を加え，遮光した共栓瓶に保存する．

ヨウ化メチル　ヨードメタン　を見よ．

ヨウ化メチル，定量用　ヨードメタン，定量用　を見よ．

葉酸　$C_{19}H_{19}N_7O_6$〔医薬品各条〕

溶出試験第 1 液　塩化ナトリウム 2.0 g を塩酸 7.0 mL 及び水に溶かして 1000 mL とする．この液は無色澄明で，そのpH は約 1.2 である．

溶出試験第 2 液　pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 1 容量に水 1 容量を加える．

溶性デンプン　デンプン，溶性　を見よ．

溶性デンプン試液　溶性デンプン 1 g を冷水 10 mL とよく

すり混ぜ，これを熱湯 90 mL 中に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み，3 分間穏やかに煮沸し，冷却する．用時製する．

ヨウ素 I〔K 8920，よう素，特級〕

ヨウ素，定量用 I〔医薬品各条，「ヨウ素」〕

ヨウ素酸カリウム KIO_3〔K 8922，よう素酸カリウム，特級〕

ヨウ素酸カリウム（標準試薬） KIO_3〔K 8005，よう素酸カリウム，容量分析用標準物質〕

ヨウ素試液 ヨウ素 14 g をヨウ化カリウム溶液（2 → 5）100 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とする（0.05 mol/L）．

貯法 遮光して保存する．

ヨウ素試液，0.0002 mol/L 0.5 mol/L ヨウ素試液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とした液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．

ヨウ素試液，0.5 mol/L ヨウ素 12.7 g 及びヨウ化カリウム 25 g に水 10 mL を加えてよくすり混ぜた後，水を加えて 100 mL とする．

ヨウ素試液，希 ヨウ素試液 1 容量に水 4 容量を加える．

ヨウ素・デンプン試液 デンプン試液 100 mL に希ヨウ素試液 3 mL を加える．

容量分析用硫酸亜鉛 硫酸亜鉛，容量分析用 を見よ．

5-ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用 $C_4H_3IN_2O_2$

白色の結晶性の粉末である．融点：約 275 ℃（分解）．

純度試験 本品 3 mg を薄めたメタノール（1 → 25）に溶かし，10 mL とする．この液 10 μL につき，「イドクスウリジン点眼液」の純度試験の操作条件に従い，液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により 5-ヨードウラシルの量を求めるとき，98.5 % 以上である．

含量 98.5 % 以上． 定量法 本品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 250 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，282 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

$$5\text{-ヨードウラシル}(C_4H_3IN_2O_2)\text{の量（mg）} = \frac{A}{265} \times 2500$$

ヨードエタン C_2H_5I 無色～暗褐色の澄明な液体で，ジエチルエーテルようのにおいがある．

蒸留試験〈2.57〉 71.0 ～ 72.5 ℃，94 vol% 以上

ヨードメタン CH_3I〔K 8919，特級〕

ヨードメタン，定量用 CH_3I 無色～暗褐色澄明の液で，光によりヨウ素を遊離して褐色となる．エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和し，水にやや溶けにくい．蒸留して 42.2 ～ 42.6 ℃ の留分を用いる．

比重〈2.56〉 d_{25}^{25}：2.27 ～ 2.28

純度試験 本品 1 μL につき，「ヒプロメロース」の定量法の条件で，ガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりヨードメタンの量を求めるとき，99.8 % 以上である．ただし，検出感度は本品 1 μL から得たヨードメタンのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する．

含量 98.0 % 以上． 定量法 定量用ヨウ化イソプロピルの定量法と同様に操作し，試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 14.19 mg CH_3I

四シュウ酸カリウム，pH 測定用 二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH 測定用 を見よ．

四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液，pH 8.0 四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.572 g 及び塩化カルシウム二水和物 2.94 g を新たに煮沸し冷却した水 800 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

四ホウ酸ナトリウム十水和物 $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$〔K 8866，四ほう酸ナトリウム十水和物，特級〕

四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH 測定用〔K 8866，四ほう酸ナトリウム十水和物，pH 標準液用〕

ライセート試液 ライセート試薬をエンドトキシン試験用水又は適当な緩衝液を用いて，穏やかにかき混ぜて溶かす．

ライセート試薬 本品はカブトガニ（*Limulus polyphemus* 又は *Tachypleus tridentatus*）の血球抽出成分から調製された凍結乾燥品である．本試薬には β-グルカンに反応する G 因子を除去，又は G 因子系の反応を抑制したものもある．

ライネッケ塩 ライネッケ塩一水和物 を見よ．

ライネッケ塩一水和物 $NH_4[Cr(NH_3)_2(SCN)_4] \cdot H_2O$〔K 8926，特級〕

ライネッケ塩試液 ライネッケ塩一水和物 0.5 g に水 20 mL を加えて 1 時間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．48 時間以内に使用する．

ラウリル硫酸ナトリウム〔医薬品各条〕

ラウリル硫酸ナトリウム試液 ラウリル硫酸ナトリウム 100 g を水 900 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

ラウリル硫酸ナトリウム試液，0.2 % ラウリル硫酸ナトリウム 0.1 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸ナトリウム緩衝液に溶かし，50 mL とする．

ラウロマクロゴール〔医薬品各条〕

α-ラクトアルブミン 白色の粉末．牛乳由来．分子量約 14200.

β-ラクトグロブリン 牛乳より製する．白色～淡黄色の粉末である．

窒素含量〈1.08〉 14 % 以上（乾燥物）．

ラクトビオン酸 $C_{12}H_{22}O_{12}$ 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

融点〈2.60〉 113 ～ 118 ℃

純度試験 本品 0.10 g をメタノール/水混液（3：2）10 mL に溶かした液 10 μL につき，「エリスロマイシンラクトビオン酸塩」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，主スポット以外のスポットを認めない．

ラッカセイ油〔医薬品各条〕

ラニーニッケル，触媒用 本品は灰黒色の粉末で，ニッケル 40 ～ 50 % 及びアルミニウム 50 ～ 60 % を含む合金である．

ラニチジンジアミン　$(C_{10}H_{18}N_2OS)_2 \cdot C_4H_4O_4$　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により測定するとき，波数 2780 cm^{-1}，1637 cm^{-1}，1015 cm^{-1} 及び 788 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

含量　95 % 以上．　定量法　本品約 0.1 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液）．ただし，滴定の終点は，液の紫色が青色を経て，緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 13.62 mg $(C_{10}H_{18}N_2OS)_2 \cdot C_4H_4O_4$

L–ラムノース一水和物　$C_6H_{12}O \cdot H_2O$　白色の結晶性の粉末で，味は甘い．水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+7.8 ～ +8.3°（1 g，水 20 mL，アンモニア試液 2 滴，100 mm）．

融点〈2.60〉　87 ～ 91 ℃

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg を水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて正確に 10 mL とした液 20 μL につき，「アラビアゴム」の確認試験（2）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

LAL 試液　ライセート試液　を見よ．

LAL 試薬　ライセート試薬　を見よ．

ランタン–アリザリンコンプレキソン試液　アンモニア水（28）1 mL に水 10 mL を加えた液 4 mL に酢酸アンモニウム溶液（1 → 5）4 mL を加える．この液にアリザリンコンプレキソン 192 mg を溶かし，アリザリンコンプレキソン原液とする．酢酸ナトリウム三水和物 41 g を水 400 mL に溶かし，酢酸（100）24 mL を加えた液に，アリザリンコンプレキソン原液全量を加え，アセトン 400 mL を加えてアリザリンコンプレキソン溶液とする．別に塩酸 2 mL に水 10 mL を加えた液 10 mL に酸化ランタン（Ⅲ）163 mg を加え，加熱して溶かし，酸化ランタン溶液とする．アリザリンコンプレキソン溶液に酸化ランタン溶液を加えてかき混ぜ，放冷後，酢酸（100）又はアンモニア水（28）を用いて pH を約 4.7 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．用時調製する．

リオチロニンナトリウム　$C_{13}H_{11}I_3NNaO_4$　〔医薬品各条〕

リオチロニンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用　〔医薬品各条，「リオチロニンナトリウム」ただし，「リオチロニンナトリウム錠」の確認試験（1）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 ～ 0.4 の主スポット以外のスポットを認めないもの〕

力価測定用培地，テセロイキン用　浮遊培養用培地 1000 mL に，ウシ胎児血清 100 mL を加える．4 ℃ で保存する．

リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{21}H_{22}O_9 \cdot xH_2O$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 210 ℃（分解）．

確認試験　本品の薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 215 ～ 219 nm 及び 275 ～ 279 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 1 μL につき，「葛根湯エキス」の確認試験（5）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

(*Z*)–リグスチリド，薄層クロマトグラフィー用　$C_{12}H_{14}O_2$　黄褐色の澄明な液であり，特異なにおいがある．メタノール又はエタノール（99.5）に混和し，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長　320 ～ 324 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 1 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 1 μL につき，「補中益気湯エキス」の確認試験（5）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない．

リシノプリル　$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$　〔医薬品各条，「リシノプリル水和物」〕

リシノプリル，定量用　$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$　〔医薬品各条，「リシノプリル水和物」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49）99.5 % 以上を含むもの〕

リジルエンドペプチダーゼ　白色の粉末又は塊．

Achromobacter 属菌の産生する菌体外毒素．

分子量 27500

リドカイン，定量用　$C_{14}H_{22}N_2O$　〔医薬品各条，「リドカイン」〕

リトコール酸，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{40}O_3$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール（95），酢酸（100）又はアセトンにやや溶けやすく，クロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 186 ℃

純度試験　類縁物質　本品 25 mg をとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 1.0 mL にクロロホルム・エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL につき，「ウルソデオキシコール酸」の純度試験（7）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない．

含量　98.0 %．　定量法　本品を 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥（酸化リン（V））し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL に溶かす．次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 37.66 mg $C_{24}H_{40}O_3$

リボフラビン　$C_{17}H_{20}N_4O_6$　〔医薬品各条〕

リモネン　$C_{10}H_{16}$　無色澄明の液で特異な芳香があり，味はやや苦い．

屈折率〈2.45〉　n_D^{20}：1.472 ～ 1.474

比重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.841 ～ 0.846

融点〈2.60〉　176 ～ 177 ℃

純度試験　類縁物質　本品 0.1 g をヘキサン 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 μL につき，次の条件

でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりリモネンの量を求めるとき，97.0 % 以上である．

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は，「ユーカリ油」の定量法の操作条件を準用する．

検出感度：試料溶液 1 mL を量り，ヘキサンを加えて 100 mL とする．この液 2 μL から得たリモネンのピーク高さがフルスケールの 40 ～ 60 % となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリモネンの保持時間の約 3 倍の範囲

硫化アンモニウム試液 $(NH_4)_2S$ 〔K 8943，硫化アンモニウム溶液（無色），1 級〕遮光した小瓶に全満して保存する．

硫化水素 H_2S 無色の有毒ガスで空気より重く，水に溶ける．硫化鉄（Ⅱ）に希硫酸又は希塩酸を作用させて製する．希酸を作用させるとき，硫化水素を発生するものであれば，硫化鉄（Ⅱ）以外の硫化物を代用してもよい．

硫化水素試液 硫化水素の飽和溶液である．冷水に硫化水素を通じて製する．

貯法 遮光した瓶にほとんど全満して冷暗所に保存する．

硫化鉄 硫化鉄（Ⅱ） を見よ．

硫化鉄（Ⅱ） FeS 〔K 8948，硫化水素発生用〕

硫化ナトリウム 硫化ナトリウム九水和物 を見よ．

硫化ナトリウム九水和物 $Na_2S \cdot 9H_2O$ 〔K 8949，特級〕

硫化ナトリウム試液 硫化ナトリウム九水和物 5 g を水 10 mL 及びグリセリン 30 mL の混液に溶かす．又は水酸化ナトリウム 5 g を水 30 mL 及びグリセリン 90 mL の混液に溶かし，その半容量に冷時硫化水素を飽和し，それに残りの半容量を混和する．遮光した瓶にほとんど全満して保存する．調製後 3 箇月以内に用いる．

硫酸 H_2SO_4 〔K 8951，特級〕

硫酸，希 硫酸 5.7 mL を水 10 mL に注意しながら加え，冷後，水を加えて 100 mL とする（10 %）．

硫酸，精製 硫酸をビーカーに入れ，白煙を生じるまで加熱し，更に 3 分間注意して穏やかに加熱し，冷後，使用する．

硫酸，発煙 $H_2SO_4 \cdot nSO_3$ 〔K 8741，発煙硫酸，特級〕

硫酸，硫酸呈色物用 あらかじめ，次の方法で含量を測定した硫酸に注意して水を加え，硫酸（H_2SO_4）94.5 ～ 95.5 % に調整する．保存中，水分を吸収して濃度が変わったときは新たに製する．

定量法 硫酸約 2 g を共栓フラスコ中に速やかに精密に量り，水 30 mL を加え，冷後，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 2 ～ 3 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 49.04 mg H_2SO_4

硫酸亜鉛 硫酸亜鉛七水和物 を見よ．

硫酸亜鉛，容量分析用 硫酸亜鉛七水和物 を見よ．

硫酸亜鉛試液 硫酸亜鉛七水和物 10 g を水に溶かし，100 mL とする．

硫酸亜鉛七水和物 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ 〔K 8953，特級〕

硫酸アトロピン $(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$ 〔医薬品各条，「アトロピン硫酸塩水和物」〕

硫酸アトロピン，定量用 $(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$ 〔医薬品各条，「アトロピン硫酸塩水和物」ただし，乾燥したものを定量するとき，アトロピン硫酸塩〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕99.0 % 以上を含むもの〕

硫酸アトロピン，薄層クロマトグラフィー用 定量用硫酸アトロピン ただし，その 50 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉によって試験を行う．試料溶液 50 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム・ジエチルアミン混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めないもの．

硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン $H_2NC_6H_4N(C_2H_5)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$ 白色～わずかに着色した粉末で，水に溶ける．

融点〈2.60〉 173 ～ 176 ℃

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン試液 硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン 0.2 g を水に溶かし，100 mL とする．光を避け，用時製する．

硫酸アルミニウムカリウム 硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 を見よ．

硫酸アンモニウム $(NH_4)_2SO_4$ 〔K 8960，特級〕

硫酸アンモニウム緩衝液 硫酸アンモニウム 264 g を水 1000 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 1000 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．この液の pH は約 1 である．

硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物 $FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ 〔K 8979，特級〕

硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 8 g を水に溶かし，100 mL とする．

硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，希 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 100 mL とする．

硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，酸性 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 20 g を水に溶かし，硫酸 9.4 mL を加え，更に水を加えて 100 mL とする．

硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 〔K 8982，硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）・12 水，特級〕

硫酸・エタノール試液 硫酸 3 mL をエタノール（99.5）1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸カナマイシン $C_{18}H_{36}N_4O_{11} \cdot xH_2SO_4$ 〔医薬品各条，「カナマイシン硫酸塩」〕

硫酸カリウム K_2SO_4 〔K 8962，特級〕

硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 〔K 8255，硫酸カリウムアルミニウム・12 水，特級〕

硫酸カリウム試液 硫酸カリウム 1 g を水に溶かし，100 mL とする．

硫酸キニジン $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$ 〔医薬品各条，「キニジン硫酸塩水和物」〕

硫酸キニーネ $(C_{20}H_{21}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$ 〔医薬品各条，「キニーネ硫酸塩水和物」〕

硫酸試液 硫酸 1 容を水 2 容に注意しながら加え，水浴上で

加温しながら液の微赤色が消えずに残るまで過マンガン酸カリウム試液を滴加する．

硫酸試液，0.05 mol/L 0.5 mol/L 硫酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする．

硫酸試液，0.25 mol/L 硫酸 15 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸試液，0.5 mol/L 硫酸 30 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸試液，2 mol/L 硫酸 120 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸ジベカシン 〔医薬品各条，「ジベカシン硫酸塩」〕

硫酸・水酸化ナトリウム試液 A 液：硫酸 120 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．B 液：水酸化ナトリウム 88.0 g を新たに煮沸して冷却した水 1000 mL に溶かす．A 液及び B 液を等容量混ぜる．

硫酸水素カリウム $KHSO_4$ 〔K 8972，特級〕

硫酸水素テトラブチルアンモニウム $C_{16}H_{37}NO_4S$ 白色の結晶性の粉末である．

含量 98.0 % 以上． 定量法 本品約 0.7 g を精密に量り，新たに煮沸し冷却した水 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 33.95 mg $C_{16}H_{37}NO_4S$

硫酸セリウム（Ⅳ）四水和物 $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ 〔K 8976，特級〕

硫酸第一鉄 硫酸鉄（Ⅱ）七水和物 を見よ．

硫酸第一鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物 を見よ．

硫酸第一鉄試液 硫酸鉄（Ⅱ）試液 を見よ．

硫酸第二セリウムアンモニウム 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）二水和物 を見よ．

硫酸第二セリウムアンモニウム試液 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 を見よ．

硫酸第二セリウムアンモニウム・リン酸試液 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）・リン酸試液 を見よ．

硫酸第二鉄 硫酸鉄（Ⅲ）*n* 水和物 を見よ．

硫酸第二鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 を見よ．

硫酸第二鉄アンモニウム試液 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 を見よ．

硫酸第二鉄アンモニウム試液，希 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，希 を見よ．

硫酸第二鉄試液 硫酸鉄（Ⅲ）試液 を見よ．

硫酸呈色物用硫酸 硫酸，硫酸呈色物用 を見よ．

硫酸鉄（Ⅱ）試液 硫酸鉄（Ⅱ）七水和物 8 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かす．用時製する．

硫酸鉄（Ⅱ）七水和物 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 〔K 8978，特級〕

硫酸鉄（Ⅲ）*n* 水和物 $Fe_2(SO_4)_3 \cdot nH_2O$ 〔K 8981，特級〕

硫酸鉄（Ⅲ）試液 硫酸鉄（Ⅲ）*n* 水和物 50 g を過量の水に溶かし，硫酸 200 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

硫酸銅 硫酸銅（Ⅱ）五水和物 を見よ．

硫酸銅，無水 硫酸銅（Ⅱ） を見よ．

硫酸銅（Ⅱ） $CuSO_4$ 〔K 8984，1 級〕

硫酸銅（Ⅱ）五水和物 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 〔K 8983，特級〕

硫酸銅試液 硫酸銅（Ⅱ）試液 を見よ．

硫酸銅（Ⅱ）試液 硫酸銅（Ⅱ）五水和物 12.5 g を水に溶かし，100 mL とする（0.5 mol/L）．

硫酸銅試液，アルカリ性 硫酸銅（Ⅱ）試液，アルカリ性 を見よ．

硫酸銅（Ⅱ）試液，アルカリ性 炭酸水素カリウム 150 g，炭酸カリウム 101.4 g 及び硫酸銅（Ⅱ）五水和物 6.93 g を水に溶かし，1000 mL とする．

硫酸銅・ピリジン試液 硫酸銅（Ⅱ）・ピリジン試液 を見よ．

硫酸銅（Ⅱ）・ピリジン試液 硫酸銅（Ⅱ）五水和物 4 g を水 90 mL に溶かし，ピリジン 30 mL を加える．用時製する．

硫酸ナトリウム 硫酸ナトリウム十水和物 を見よ．

硫酸ナトリウム，無水 Na_2SO_4 〔K 8987，硫酸ナトリウム，特級〕

硫酸ナトリウム十水和物 $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ 〔K 8986，特級〕

硫酸ニッケル（Ⅱ）アンモニウム六水和物
$NiSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ 〔K 8990，特級〕

硫酸ニッケルアンモニウム 硫酸ニッケル（Ⅱ）アンモニウム六水和物 を見よ．

硫酸バメタン $(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$ 〔医薬品各条，「バメタン硫酸塩」〕

硫酸ヒドラジニウム $N_2H_6SO_4$ 〔K 8992，特級〕

硫酸ヒドラジニウム試液 硫酸ヒドラジニウム 1.0 g を水に溶かして 100 mL とする．

硫酸ヒドラジン 硫酸ヒドラジニウム を見よ．

硫酸ビンクリスチン $C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$ 〔医薬品各条，「ビンクリスチン硫酸塩」〕

硫酸ビンブラスチン $C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$ 〔医薬品各条，「ビンブラスチン硫酸塩」〕

硫酸ベカナマイシン 〔医薬品各条，「ベカナマイシン硫酸塩」〕

硫酸・ヘキサン・メタノール試液 メタノール/ヘキサン混液（3：1）230 mL に硫酸 2 mL を注意して加える．

硫酸ベタニジン，定量用 $(C_{10}H_{15}N_3)_2 \cdot H_2SO_4$ 〔医薬品各条，「硫酸ベタニジン」ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，硫酸ベタニジン〔$(C_{10}H_{15}N_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕99.0 % 以上を含むもの〕

硫酸マグネシウム 硫酸マグネシウム七水和物 を見よ．

硫酸マグネシウム試液 硫酸マグネシウム七水和物 12 g を水に溶かし，100 mL とする（0.5 mol/L）．

硫酸マグネシウム七水和物 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 〔K 8995，特級〕

硫酸・メタノール試液 メタノール 40 mL に硫酸 60 mL を注意しながら加える．

硫酸・メタノール試液，0.05 mol/L 硫酸 3 mL をメタノール 1000 mL にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する．

硫酸 4–メチルアミノフェノール $(HOC_6H_4NHCH_3)_2 \cdot H_2SO_4$ 白色～わずかにうすい黄色又はごくうすい灰色の結晶又は結晶性の粉末である．融点：約 260 ℃（分解）．

硫酸 *p*–メチルアミノフェノール 硫酸 4–メチルアミノフェノール を見よ．

硫酸 4–メチルアミノフェノール試液 硫酸 4–メチルアミノフェノール 0.35 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 20 g を水に溶かし，100 mL とする．用時製する．

硫酸 *p*–メチルアミノフェノール試液 硫酸 4–メチルアミノフェノール試液 を見よ．

硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）二水和物 6.8 g を薄めた硫酸（3 → 100）に溶かし，100 mL とする．

硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）二水和物
$Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)_2SO_4 \cdot 2H_2O$ 〔K 8977，特級〕

硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）・リン酸試液 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）二水和物 0.1 g を薄めたリン酸（4 → 5）に溶かし，100 mL とする．

硫酸リチウム 硫酸リチウム一水和物 を見よ．

硫酸リチウム一水和物 $Li_2SO_4 \cdot H_2O$ 〔K 8994，特級〕

硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 硫酸 6.8 mL を水 500 mL に加え，これにリン酸二水素ナトリウム二水和物 50 g を溶かし，水を加えて 1000 mL とする．

流動パラフィン パラフィン，流動 を見よ．

両性担体液，pH 3 ～ 10 用 ごくうすい黄色の液体．多種類の分子からなる混合物で，緩衝能は 0.35 mmol/pH·mL．ポリアクリルアミドゲルに混入し，電場をかけるとき，pH 3 ～ 10 の範囲で pH 勾配を形成するもの．

両性担体液，pH 6 ～ 9 用 ポリアクリルアミドゲルに混入し，電場をかけるとき，pH 6 ～ 9 の範囲で pH 勾配を形成する，緩衝能 0.35 mmol/pH·mL の液を，水で約 20 倍に薄めた，ほとんど無色の液．

両性担体液，pH 8 ～ 10.5 用 ごくうすい黄色の液体．多種類の分子からなる混合物で，緩衝能は 0.35 mmol/pH·mL．ポリアクリルアミドゲルに混入し，電場をかけるとき，pH 8 ～ 10.5 の範囲で pH 勾配を形成するもの．

リンコフィリン，成分含量測定用 $C_{22}H_{28}N_2O_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である．エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：205 ～ 209 ℃

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（245 nm）：473 ～ 502（5 mg，メタノール/希酢酸混液（7：3），500 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験 類縁物質

（1）本品 1.0 mg をアセトン 1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1–ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層版を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない．

（2）本品 5 mg をメタノール/希酢酸混液（7：3）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のリンコフィリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリンコフィリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

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

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリンコフィリンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

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

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たリンコフィリンのピーク面積が，標準溶液のリンコフィリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

リン酸 H_3PO_4 〔K 9005，りん酸，特級〕

リン酸一水素カリウム リン酸水素二カリウム を見よ．

リン酸一水素カリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.3 リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.3 を見よ．

リン酸一水素カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 リン酸水素二カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム リン酸水素二ナトリウム十二水和物 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム，無水 リン酸水素二ナトリウム，無水 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム，無水，pH 測定用 リン酸水素二ナトリウム，pH 測定用 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH 5.4 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.4 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 4.5 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 4.5 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.0 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.0 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム試液 リン酸水素二ナトリウム試液 を見よ．

リン酸一水素ナトリウム試液，0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液，0.05 mol/L を見よ．

リン酸一水素ナトリウム試液，0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液，0.5 mol/L を見よ．

リン酸塩緩衝液，0.01 mol/L，pH 6.8 リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 900 mL に溶かし，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.8 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.1 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を用いて pH を 3.0 に調整する．

リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 3.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.1 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を用いて pH を 3.5 にする．

リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 8.0 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に水 300 mL を加え，水酸化ナトリウム試液で pH を 8.0 に調整し，水を加えて 500 mL

とする．

リン酸塩緩衝液，0.03 mol/L，pH 7.5 リン酸二水素カリウム 4.083 g を水 800 mL に溶かし，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 3.5 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 1000 mL に，薄めたリン酸(49 → 10000)を加えて pH を 3.5 に調整する．

リン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 6.0 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5.70 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 7.0 リン酸水素二カリウム 4.83 g 及びリン酸二水素カリウム 3.02 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸又は水酸化カリウム試液を加えて pH 7.0 に調整する．

リン酸塩緩衝液，1/15 mol/L，pH 5.6 リン酸二水素カリウム 9.07 g を水約 750 mL に溶かし，水酸化カリウム試液を加えて pH を 5.6 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 4.5 リン酸二水素カリウム 13.61 g を水 750 mL に溶かし，水酸化カリウム試液を加えて pH を 4.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 5.3 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.44 g 及びリン酸二水素カリウム 13.32 g を水 750 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液又はリン酸を加えて pH を 5.3 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 6.8 リン酸二水素カリウム 6.4 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 18.9 g を水 750 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.8 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 17.9 g を水に溶かし，500 mL とした液に，リン酸二水素カリウム 6.8 g を水に溶かし，500 mL とした液を pH 7.0 になるまで加える（容量比約 2：1）．

リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0 無水リン酸水素二ナトリウム 13.2 g 及びリン酸二水素カリウム 0.91 g を水約 750 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 8.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0，抗生物質用 リン酸水素二カリウム 16.73 g 及びリン酸二水素カリウム 0.523 g を水 750 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 8.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，0.2 mol/L，pH 10.5 リン酸水素二カリウム 34.8 g を水 750 mL に溶かし，8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 10.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 3.0 リン酸二水素カリウム 136 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液にリン酸を滴加し，pH を 3.0 に調整する．

リン酸塩緩衝液，pH 3.1 リン酸二水素カリウム 136.1 g を水 500 mL に溶かし，リン酸 6.3 mL を加えた後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 5.9 リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 800 mL に溶かし，薄めた水酸化カリウム試液（1 → 10）を加えて pH を 5.9 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 6.0 リン酸二水素カリウム 8.63 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 1.37 g を水 750 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸（1 → 15）を加えて pH を 6.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL にする．

リン酸塩緩衝液，pH 6.2 リン酸二水素カリウム 9.08 g を水 1000 mL に溶かす．この液 800 mL に，無水リン酸水素二ナトリウム 9.46 g を水 1000 mL に溶かした液 200 mL を加える．必要ならば，更にいずれかの液を加えて pH を 6.2 に調整する．

リン酸塩緩衝液，pH 6.5 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 15.20 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 6.5，抗生物質用 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 10.5 g 及びリン酸二水素カリウム 5.8 g を水 750 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 6.8 リン酸二水素カリウム 3.40 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 3.55 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 7.0 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 29.54 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 7.2 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 34.7 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 7.4 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 39.50 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 8.0 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 46.1 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸塩緩衝液，pH 12 無水リン酸水素二ナトリウム 5.44 g をとり，水酸化ナトリウム試液 36.5 mL を加えた後，水約 40 mL を加えてよく振り混ぜて溶かし，水を加えて 100 mL とする．

リン酸塩緩衝液，サイコ成分含量測定用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 100 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 59 mL を加える．

リン酸塩緩衝液，パンクレアチン用 無水リン酸水素二ナトリウム 3.3 g，リン酸二水素カリウム 1.4 g 及び塩化ナトリウム 0.33 g を水に溶かし，100 mL とする．

リン酸塩緩衝液，ブシ用 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 19.3 g を水 3660 mL に溶かし，リン酸 12.7 g を加える．

リン酸塩緩衝液，マイクロプレート洗浄用 リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.62 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 9.48 g．塩化ナトリウム 52.6 g，ポリソルベート 80 3.0 g 及びポリオキシエチレン（40）オクチルフェニルエーテル 1.8 g を水に溶かし，600 mL とする．用時，この液 1 容に水 9 容を加える．

リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液，0.01 mol/L，pH 7.4 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.93 g，リン酸二水素カリウム 0.25 g 及び塩化ナトリウム 9 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 塩化ナトリウム 8.0 g，塩化カリウム 0.2 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.9 g 及びリン酸二水素カリウム 0.2 g に水を加えて溶かし，1000 mL とする．

リン酸塩試液 リン酸水素二カリウム 2.0 g 及びリン酸二水素カリウム 8.0 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸コデイン，定量用 $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 1/2\ H_2O$ 〔医薬品各条，「コデインリン酸塩水和物」ただし，換算した脱水物に対し，コデインリン酸塩（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

リン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液，pH 2.0 リン酸 6.77 mL，酢酸（100）5.72 mL 及びホウ酸 6.18 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 2.0 に調整する．

リン酸三ナトリウム十二水和物 $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ 〔K 9012，りん酸三ナトリウム・12 水，特級〕

リン酸ジヒドロコデイン，定量用 $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$ 〔医薬品各条，「ジヒドロコデインリン酸塩」ただし，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

リン酸水素アンモニウムナトリウム リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 を見よ．

リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 $NaNH_4HPO_4 \cdot 4H_2O$ 〔K 9013，りん酸水素アンモニウムナトリウム四水和物，特級〕

リン酸水素二アンモニウム $(NH_4)_2HPO_4$ 〔K 9016，りん酸水素二アンモニウム，特級〕

リン酸水素二カリウム K_2HPO_4 〔K 9017，りん酸水素二カリウム，特級〕

リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.3 緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 100 mL に緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液 38 mL 及び水を加えて 200 mL とする．

リン酸水素二カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 リン酸水素二カリウム 174.18 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸水素二ナトリウム，pH 測定用 Na_2HPO_4 〔K 9020，りん酸水素二ナトリウム，pH 標準液用〕

リン酸水素二ナトリウム，無水 Na_2HPO_4 〔K 9020，りん酸水素二ナトリウム，特級〕

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH 3.0 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 3.0 を見よ．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH 5.4 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.4 を見よ．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，0.05 mol/L，pH 6.0 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000 mL に，クエン酸一水和物 5.25 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え，pH 6.0 に調整する．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 3.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 35.8 g を水に溶かし，500 mL とする．この液に，クエン酸一水和物 42.0 g を水に溶かして 2000 mL とした液を，pH 3.0 になるまで加える．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 4.5 クエン酸一水和物 21.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 35.82 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 4.5 になるまで加える．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.4 クエン酸一水和物 1.05 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.92 g を水 200 mL に溶かし，必要ならばリン酸又は水酸化ナトリウム試液を加えて pH 5.4 に調整する．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 71.6 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に，クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 6.0 になるまで加える（容量比約 63：37）．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 7.2 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に，クエン酸一水和物 5.3 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて pH 7.2 に調整する．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，ペニシリウム由来 β-ガラクトシダーゼ用，pH 4.5 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 71.6 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に，クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 4.5 になるまで加える（容積比約 44：56）．

リン酸水素二ナトリウム試液 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 12 g を水に溶かし，100 mL とする（0.3 mol/L）．

リン酸水素二ナトリウム試液，0.05 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 7.098 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸水素二ナトリウム試液，0.5 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 70.982 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸水素二ナトリウム十二水和物 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ 〔K 9019，りん酸水素二ナトリウム・12 水，特級〕

リン酸テトラブチルアンモニウム $(C_4H_9)_4NH_2PO_4$ 白色の粉末で，水にやや溶けやすい．

含量 97.0 % 以上． 定量法 本品 1.5 g を精密に量り，水 80 mL に溶かし，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 169.7 mg $(C_4H_9)_4NH_2PO_4$

リン酸ナトリウム リン酸三ナトリウム十二水和物 を見よ．

リン酸ナトリウム緩衝液，0.1 mol/L，pH 7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 17.9 g を水に溶かし，500 mL とした液に，リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を水に溶かし，500 mL とした液を pH 7.0 になるまで加える．

リン酸ナトリウム試液 無水リン酸水素二ナトリウム 5.68 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 6.24 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素アンモニウム $NH_4H_2PO_4$ 〔K 9006，りん酸二水素アンモニウム，特級〕

リン酸二水素アンモニウム試液，0.02 mol/L リン酸二水素アンモニウム 2.30 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム KH_2PO_4 〔K 9007，りん酸二水素カリウム，特級〕

リン酸二水素カリウム，pH 測定用 KH_2PO_4〔K 9007，りん酸二水素カリウム，pH 標準液用〕

リン酸二水素カリウム試液，0.02 mol/L リン酸二水素カリウム 2.72 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.05 mol/L リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.05 mol/L，pH 3.0 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．

リン酸二水素カリウム試液，0.05 mol/L，pH 4.7 リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 900 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液で pH を正確に 4.7 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.1 mol/L リン酸二水素カリウム 13.61 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.1 mol/L，pH 2.0 リン酸二水素カリウム 13.6 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液にリン酸を加えて pH を 2.0 に調整する．

リン酸二水素カリウム試液，0.2 mol/L リン酸二水素カリウム 27.22 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 pH 測定用リン酸二水素カリウム 27.218 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.25 mol/L，pH 3.5 リン酸二水素カリウム 34 g を水 900 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸二水素カリウム試液，0.33 mol/L リン酸二水素カリウム 4.491 g を水に溶かし，100 mL とする．

リン酸二水素ナトリウム リン酸二水素ナトリウム二水和物を見よ．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L，pH 2.6 リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 900 mL に溶かし，リン酸で pH を正確に 2.6 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L，pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.45 g を水 500 mL に溶かし，リン酸 2.45 g を水で 500 mL とした液を加え，pH を 3.0 に調整する．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 450 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液で pH を正確に 5.8 に調整し，水を加えて 500 mL とする．

リン酸二水素ナトリウム試液，0.1 mol/L，pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.60 g を水 900 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

リン酸二水素ナトリウム試液，2 mol/L リン酸二水素ナトリウム二水和物 312.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．

リン酸二水素ナトリウム試液，pH 2.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 2.7 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．

リン酸二水素ナトリウム二水和物 $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$〔K 9009，りん酸二水素ナトリウム二水和物，特級〕

リン酸二水素ナトリウム，無水 NaH_2PO_4 白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に溶けやすく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．吸湿性がある．

本品の水溶液は，酸性である．

リン酸リボフラビンナトリウム $C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$〔医薬品各条，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」〕

リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液，pH 2.3 無水硫酸ナトリウム 28.4 g を水 1000 mL に溶かし，更にリン酸 2.7 mL を加える．必要ならば 2-アミノエタノールを加えて pH を 2.3 に調整する．

リンタングステン酸 リンタングステン酸 *n* 水和物 を見よ．

リンタングステン酸 *n* 水和物 $P_2O_5 \cdot 24WO_3 \cdot nH_2O$ 白色～帯黄緑色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に，酸性塩化スズ（Ⅱ）試液 1 mL を加え，加熱するとき，青色の沈殿を生じる．

リンタングステン酸試液 リンタングステン酸 *n* 水和物 1 g を水に溶かし，100 mL とする．

リンモリブデン酸 リンモリブデン酸 *n* 水和物 を見よ．

リンモリブデン酸 *n* 水和物 $P_2O_5 \cdot 24MoO_3 \cdot nH_2O$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10）10 mL に，アンモニア試液 0.5 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，アンモニア試液 2 mL を加えるとき，沈殿は溶ける．更に硝酸（1 → 2）5 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に，アンモニア試液 1 mL 及びマグネシア試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{15}H_{10}O_6$ 淡黄色～黄褐色の結晶性の粉末である．メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．融点：約 310 ℃（分解）．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき，「キクカ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.7 の主スポット以外のスポットを認めない．

レイン，薄層クロマトグラフィー用 $C_{15}H_8O_6$ 黄色の粉末である．アセトンに極めて溶けにくく，メタノール，エタノール（99.5）又は水にほとんど溶けない．融点：約 320 ℃（分解）．

確認試験 本品のメタノール溶液（3 → 500000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 228 ～ 232 nm，255 ～ 259 nm 及び 429 ～ 433 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をアセトン 10 mL に溶かした液 2 μL につき，「大黄甘草湯エキス」の確認試験（1）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない．

レザズリン $C_{12}H_6NNaO_4$ 帯褐紫色の結晶性粉末で，水に溶けて紫色を呈する．

強熱残分〈*2.44*〉 28.5 % 以下（1 g）．

レジブフォゲニン，成分含量測定用　$C_{24}H_{32}O_4 \cdot nH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（300 nm）：131 ～ 145（0.01 g，メタノール，250 mL）．ただし，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥したもの．

純度試験　類縁物質　本品 0.04 g を精密に量り，以下成分含量測定用ブファリンの純度試験を準用する．

含量　98.0 % 以上．　含量測定法　本品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりレジブフォゲニンの量を求める．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：レジブフォゲニンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用ブファリン，成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニン 0.01 g ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．この溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．標準溶液（2）20 μL から得たレジブフォゲニンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する．また，標準溶液（1）20 μL から得たレジブフォゲニンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からレジブフォゲニンの保持時間の約 2 倍の範囲

レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{24}H_{32}O_4 \cdot nH_2O$　白色の結晶性の粉末で，においはない．メタノール又はアセトンに溶けやすい．

純度試験　類縁物質　本品 5.0 mg にアセトン 5 mL を正確に加えて溶かした液 5 μL につき，「センソ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

レソルシノール　$C_6H_4(OH)_2$〔K 9032，特級〕

レソルシノール試液　レソルシノール 0.1 g を塩酸 10 mL に溶かす，用時製する．

レソルシノール・硫酸試液　レソルシノール 0.1 g を薄めた硫酸（1 → 10）10 mL に溶かす．

レゾルシン　レソルシノール　を見よ．

レゾルシン試液　レソルシノール試液　を見よ．

レゾルシン硫酸試液　レソルシノール・硫酸試液　を見よ．

レボチロキシンナトリウム　$C_{15}H_{11}I_4NNaO_4 \cdot nH_2O$〔医薬品各条，「レボチロキシンナトリウム水和物」〕

レボチロキシンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用〔医薬品各条，「レボチロキシンナトリウム水和物」ただし，「レボチロキシンナトリウム水和物」の純度試験（3）を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.26 の主スポット以外のスポットを認めないもの〕

L-ロイシン　$C_6H_{13}NO_2$〔医薬品各条〕

ロガニン，薄層クロマトグラフィー用　$C_{17}H_{26}O_{10}$　白色の結晶又は結晶性の粉末である．水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．融点：221 ～ 227 ℃

純度試験　類縁物質　本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 10 μL につき，「サンシュユ」の確認試験を準用し，試験を行うとき，R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない．

ローズベンガル　生薬の微生物限度試験法〈5.02〉　を見よ．

ローズベンガル試液　生薬の微生物限度試験法〈5.02〉　を見よ．

ロック・リンゲル試液

塩化ナトリウム	9.0　g
塩化カリウム	0.42 g
塩化カルシウム二水和物	0.24 g
塩化マグネシウム六水和物	0.2　g
炭酸水素ナトリウム	0.5　g
ブドウ糖	0.5　g
硬質フラスコで新たに蒸留した水	適　量
全　　量	1000 mL

用時製する．ただし，ブドウ糖，炭酸水素ナトリウム以外の成分は濃厚な原液として冷所に保存し，用時薄めて用いてもよい．

ワセリン〔医薬品各条，「黄色ワセリン」又は「白色ワセリン」〕

ワルファリンカリウム，定量用　$C_{19}H_{15}KO_4$〔医薬品各条，「ワルファリンカリウム」ただし，乾燥したものを定量するとき，ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）99.0 % 以上を含むもの〕

9.42　クロマトグラフィー用担体／充てん剤

アミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲル　アミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル　オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル　オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリガゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー　オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル　オクチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂　強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲル　強酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲル　グリコールエーテル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %）　ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %），液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %）　ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %），液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲル　シアノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子　ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼン–メタクリラート共重合体　ジビニルベンゼン–メタクリラート共重合体，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル　ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂　弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用シリカゲル　シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲル　親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用スチレン–ジビニルベンゼン共重合体　スチレン–ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲル　多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲル　トリメチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル　ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲル　フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲル　フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲル　フルオロシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲル　ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ　ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用　を見よ．

オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用に製造したもの．

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）　薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルに蛍光剤を加えたもの．

オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

オクチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボン　グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土　ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用シリカゲル　シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）　ゼオライト（孔径 0.5 nm），ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル–ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.06 ～ 0.08 μm，100 ～ 200 m^2/g）　多孔性アクリロニトリル–ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.06 ～ 0.08 μm，100 ～ 200 m^2/g），ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン–ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径 0.0075 μm，500 ～ 600 m^2/g)　多孔性エチルビニルベンゼン–ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0075 μm，500 ～ 600 m^2/g），ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン–ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm，300 ～ 400 m^2/g）　多孔性スチレン–ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm，300 ～ 400 m^2/g），ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズ　多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用テフロン　テフロン，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

ガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマー　四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　を見よ．

カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 強酸性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用 を見よ．

カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 合成ケイ酸マグネシウム，カラムクロマトグラフィー用 を見よ．

カラムクロマトグラフィー用ジエチルアミノエチルセルロース ジエチルアミノエチルセルロース，カラムクロマトグラフィー用 を見よ．

カラムクロマトグラフィー用中性アルミナ 中性アルミナ，カラムクロマトグラフィー用 を見よ．

カラムクロマトグラフィー用ポリアミド ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用 を見よ．

強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

強酸性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの．

強酸性イオン交換シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

グリコールエーテル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用シリカゲルにグリコール基を結合したもの．

クロマトグラフィー用ケイソウ土 ケイソウ土，クロマトグラフィー用を見よ．

クロマトグラフィー用中性アルミナ 中性アルミナ，クロマトグラフィー用 を見よ．

ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

ケイソウ土，クロマトグラフィー用 クロマトグラフィー用に製造したもの．

ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %），液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %），液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

合成ケイ酸マグネシウム，カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの（粒度 150 ～ 250 μm）．

シアノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，液体クロマトグラフィー用 親水性合成高分子にジエチルアミノエチル基を結合して液体クロマトグラフィー用に製造したもの．交換容量は約 0.1 mg 当量/cm^3.

ジエチルアミノエチルセルロース，カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの．

ジビニルベンゼン–メタクリラート共重合体，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り），薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲルに蛍光剤を加えたもの．

弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの．

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに蛍光剤を加えたもの．

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（混合蛍光剤入り） 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルに混合蛍光剤を加えたもの．

シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り） 高性能薄層クロマトグラフィー用に製造したもの．

親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造した多孔性ジオール化シリカゲルで，粒子径 5 ～ 10 μm のもの．

スチレン–ジビニルベンゼン共重合体，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ゼオライト（孔径 0.5 nm），ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

セルロース，薄層クロマトグラフィー用 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの．

セルロース，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） 薄層クロマトグラフィー用セルロースに蛍光剤を加えたもの．

多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

多孔性アクリロニトリル–ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.06 ～ 0.08 μm，100 ～ 200 m^2/g），ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

多孔性エチルビニルベンゼン–ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0075 μm，500 ～ 600 m^2/g），ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．平均孔径は 0.0075 μm，表面積は 1 g につき 500 ～ 600 m^2 である．

多孔性スチレン–ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm，300 ～ 400 m^2/g），ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．平均孔径は 0.0085 μm，表面積は 1 g につき 300 ～ 400 m^2 である．

多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

中性アルミナ，カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの．

中性アルミナ，クロマトグラフィー用 クロマトグラフィー用に製造したもの（粒度 75 ～ 180 μm）．

テフロン，ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

トリメチルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用 を見よ．

薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り） オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロ

マトグラフィー用（蛍光剤入り）　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）　ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り），薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（混合蛍光剤入り）　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）　シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用セルロース　セルロース，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）　セルロース，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ポリアミド　ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用　を見よ．

薄層クロマトグラフィー用ポリアミド（蛍光剤入り）　ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）　を見よ．

ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

フルオロシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用　液体クロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用　カラムクロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用　薄層クロマトグラフィー用に製造したもの．

ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）　薄層クロマトグラフィー用ポリアミドに蛍光剤を加えたもの．

四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用　ガスクロマトグラフィー用に製造したもの．

9.43　ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，るつぼ等

ガラスウール　〔K 8251，特級〕

ガラス繊維　ガラスウール　を見よ．

ガラスろ過器　〔R 3503，化学分析用ガラス器具，ブフナー漏斗形ガラスろ過器〕

G 3：ろ過板の細孔径が 20 ～ 30 μm のもの，

G 4：ろ過板の細孔径が 5 ～ 10 μm のもの

クルクマ紙　*Curcuma longa* Linné の乾燥した根茎の粉末 20 g を冷水 100 mL ずつで 4 回浸出し，毎回静置して上澄液を傾斜して除く．残留物を 100 ℃ を超えない温度で乾燥する．これにエタノール（95）100 mL を加えて数日間浸出した後，ろ過する．このエタノール（95）浸出液にろ紙を浸し，清浄な空気中で自然に乾燥させて製する．

鋭敏度　塩酸 1 mL 及び水 4 mL の混液にホウ酸 1 mg を溶かす．この液に長さ約 1.5 cm の本品を浸し，1 分後取り出し，風乾するとき，その黄色は褐色に変わり，これをアンモニア試液で潤すとき，緑黒色に変わる．

コンゴーレッド紙　ろ紙をコンゴーレッド試液に浸した後，風乾して製する．

酢酸鉛紙　酢酸鉛（Ⅱ）紙　を見よ．

酢酸鉛（Ⅱ）紙　通例 6 × 8 cm のろ紙を酢酸鉛（Ⅱ）試液に浸し，過量の液を除いた後，金属に触れないようにして 100 ℃ で乾燥する．

磁製るつぼ　〔R 1301，化学分析用磁製るつぼ〕

青色リトマス紙　リトマス紙，青色　を見よ．

赤色リトマス紙　リトマス紙，赤色　を見よ．

定量分析用ろ紙　ろ紙，定量分析用　を見よ．

ホスゲン紙　4-ジメチルアミノベンズアルデヒド 5 g 及びジフェニルアミン 5 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液に幅 5 cm のろ紙を浸し，暗所で清浄な空気中につり下げて自然乾燥する．紙片の上下端 5 cm ずつを切り捨て，残部を長さ 7.5 cm ずつの紙片に切って製する．

貯法　遮光した気密容器に保存する．黄変したものは用いない．

ヨウ化亜鉛デンプン紙　新たに製したヨウ化亜鉛デンプン試液に定量分析用ろ紙を浸し，清浄な室で乾燥して製する．

貯法　共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する．

ヨウ化カリウムデンプン紙　新たに製したヨウ化カリウムデンプン試液にろ紙を浸し，清浄な室で乾燥して製する．共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する．

ヨウ素酸カリウムデンプン紙　ヨウ素酸カリウム溶液（1 → 20）と新たに製したデンプン試液の等容量混液にろ紙を浸して清浄な室で乾燥して製する．

貯法　共栓瓶に入れ，光及び湿気を避けて保存する．

リトマス紙，青色　〔K 9071，リトマス紙，青色リトマス紙〕

リトマス紙，赤色　〔K 9071，リトマス紙，赤色リトマス紙〕

ろ紙　〔P 3801，ろ紙（化学分析用），定性分析用ろ紙〕

1 種：粗大ゼラチン状沈殿用，2 種：中位の大きさの沈殿用，3 種：微細沈殿用，4 種：微細沈殿用の硬質ろ紙

ろ紙，定量分析用　〔P 3801，ろ紙（化学分析用），定量分析用ろ紙〕

5 種 A：粗大ゼラチン状沈殿用，5 種 B：中位の大きさの沈殿用，5 種 C：微細沈殿用，6 種：微細沈殿用の薄いろ紙

9.44　標準粒子等

α-アルミナ，熱分析用　α-Al_2O_3　熱分析用に製造したもの．

α-アルミナ，比表面積測定用　α-Al_2O_3　比表面積測定用に製造したもの．

インジウム，熱分析用　熱分析用に製造したもの．ただし，純度 99.99 % 以上のものを用いる．

校正球，粒子密度測定用　粒子密度測定用に製した，体積既知の装置校正用の球．なお，校正球の体積は小数第 3 位（0.001 cm^3）まで，正確に求められている必要がある．

スズ，熱分析用　〔K 8580，すず，特級．ただし，純度 99.99 % 以上のもの〕

ニッケル，熱分析用　〔K 9062，ニッケル，特級．ただし，純度 99.99 % 以上のもの〕

熱分析用 α-アルミナ　α-アルミナ，熱分析用　を見よ．

熱分析用インジウム　インジウム，熱分析用　を見よ．

熱分析用スズ　スズ，熱分析用　を見よ．

熱分析用ニッケル　ニッケル，熱分析用　を見よ．

光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子　標準粒子，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用　を見よ．

比表面積測定用 α-アルミナ　α-アルミナ，比表面積測定用を見よ．

標準粒子，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用　プラスチック製の球状の粒子で，大きさ及び数が既知のもの．

粒子密度測定用校正球　校正球，粒子密度測定用　を見よ．

計量器・用器，温度計等

9.61　波長及び透過率校正用光学フィルター

波長校正用光学フィルター及び透過率校正用光学フィルターは，それぞれ表 9.61－1 及び表 9.61－2 に示すものを用いる．なお，透過率校正用光学フィルターは，吸光度の校正にも用いる．

表 9.61－1　波長校正用光学フィルター

フィルターの種類	波長校正範囲（nm）	品名
波長校正用ネオジム光学フィルター	400 ～ 750	JCRM 001
波長校正用ホルミウム光学フィルター	250 ～ 600	JCRM 002

表 9.61－2　透過率校正用光学フィルター

フィルターの種類	校正透過率（%）	品名
透過率用可視域光学フィルター	1	JCRM 101
	10	JCRM 110
	20	JCRM 120
	30	JCRM 130
	40	JCRM 140
	50	JCRM 150
透過率用紫外域光学フィルター	10	JCRM 210 A
	30	JCRM 230 A
	50	JCRM 250 A
透過率用近紫外域光学フィルター	10	JCRM 310
	30	JCRM 330
	50	JCRM 350

9.62　計量器・用器

計量器は日本薬局方における試験において，計量に用いる器具又は機械である．

用器は日本薬局方における試験において，その条件をなるべく一定にするために定めた器具である．

化学用体積計　全量フラスコ（メスフラスコ），全量ピペット，プッシュボタン式液体用微量体積計，ビュレット及びメスシリンダーは日本工業規格に適合したものを用いる．

カシアフラスコ　硬質ガラス製，首部に容量目盛り線のある共栓付きフラスコで，図 9.62－1 に示すものを用いる．

ネスラー管　無色，厚さ 1.0 ～ 1.5 mm の硬質ガラス製，共栓付き円筒で，図 9.62－2 に示すものを用いる．ただし，それぞれの管の 50 mL 目盛り線の高さの差が 2 mm 以下のものを用いる．

はかり及び分銅

（1）化学はかり　0.1 mg まで読み取れるものを用いる．

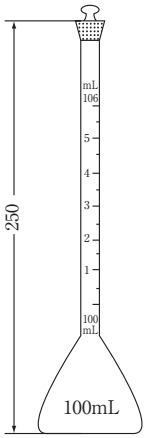
（2）セミミクロ化学はかり　0.01 mg まで読み取れるものを用いる．

（3）ミクロ化学はかり　0.001 mg まで読み取れるものを用いる．

（4）分銅　器差試験を行ったものを用いる．

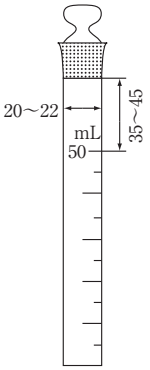
混合ガス調製器　硬質ガラス製で図 9.62－3 に示すものを用いる．

ふるい　表 9.62 に示す規格のものを用いる．それぞれの名称はふるい番号又は呼び寸法（μm）とする．



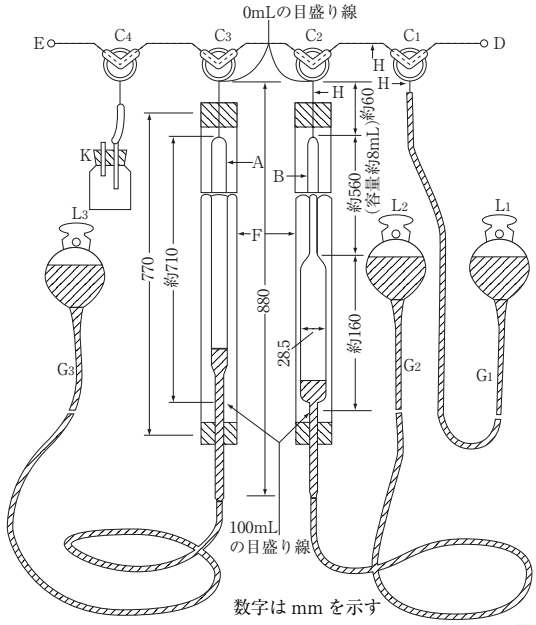
数字は mm を示す

図 9.62－1



数字は mm を示す

図 9.62－2



A：ガスビュレット（容量 100 mL，内径は約 13.7 mm で 0.2 mL 目盛り．ただし，下部の細い部分は 0.1 mL 目盛り）
B：ガスビュレット（容量 100 mL，上部の内径は約 4.2 mm で 0.02 mL 目盛り．下部の内径は約 28.5 mm で 1 mL 目盛り）
C：(C_1，C_2，C_3 及び C_4)：三方コック
D：試料取口（前方に 20 mm の長さに曲げる．）
E：混合ガス導入口（前方に 20 mm の長さに曲げる．）
F：外筒（長さ約 770 mm，外径約 40 mm，室温の水をほとんど全満する．）
G：内径約 4 mm の肉厚ゴム管（G_1 の長さは約 80 cm，G_2 及び G_3 は約 120 cm）
H：肉厚毛細管（内径約 1 mm）
K：受瓶
L：水準球（水銀を L_1 には約 50 mL，L_2 及び L_3 には約 150 mL 入れる．）

図 9.62－3

表 9.62　ふるいの規格

ふるい番号	呼び寸法 (μm)	ふるいの規格				
		ふるいの目開き			針金 (mm)	
		寸法 (mm)	許容差 (mm)		径	許容差
			平均	最大		
3.5	5600	5.60	±0.14	0.42	1.66	±0.040
4	4750	4.75	±0.118	0.41	1.60	±0.040
4.7	4000	4.00	±0.100	0.37	1.40	±0.040
5.5	3350	3.35	±0.100	0.32	1.27	±0.030
6.5	2800	2.80	±0.084	0.28	1.11	±0.030
7.5	2360	2.36	±0.070	0.24	1.03	±0.030
8.6	2000	2.00	±0.060	0.20	0.953	±0.030
10	1700	1.70	±0.051	0.17	0.840	±0.025
12	1400	1.40	±0.042	0.14	0.717	±0.025
14	1180	1.18	±0.035	0.14	0.634	±0.025
16	1000	1.00	±0.030	0.14	0.588	±0.025
18	850	0.850	±0.030	0.127	0.523	±0.025
22	710	0.710	±0.028	0.112	0.450	±0.025
26	600	0.600	±0.024	0.101	0.390	±0.020
30	500	0.500	±0.020	0.089	0.340	±0.020
36	425	0.425	±0.017	0.081	0.290	±0.020
42	355	0.355	±0.013	0.072	0.250	±0.020
50	300	0.300	±0.012	0.065	0.208	±0.015
60	250	0.250	±0.0099	0.058	0.173	±0.015
70	212	0.212	±0.0087	0.052	0.151	±0.015
83	180	0.180	±0.0076	0.047	0.126	±0.015
100	150	0.150	±0.0066	0.043	0.104	±0.015
119	125	0.125	±0.0058	0.038	0.088	±0.015
140	106	0.106	±0.0052	0.035	0.075	±0.010
166	90	0.090	±0.0046	0.032	0.063	±0.010
200	75	0.075	±0.0041	0.029	0.052	±0.010
235	63	0.063	±0.0037	0.026	0.045	±0.005
282	53	0.053	±0.0034	0.024	0.037	±0.005
330	45	0.045	±0.0034	0.022	0.032	±0.005
391	38	0.038	±0.0026	0.018	0.027	±0.005

表 9.63　浸線付温度計

	1 号	2 号	3 号	4 号	5 号	6 号
液体	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀
液上に満たす気体	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン
温度範囲	−17〜50 ℃	40〜100 ℃	90〜150 ℃	140〜200 ℃	190〜250 ℃	240〜320 ℃
最小目盛り	0.2 ℃	0.2 ℃	0.2 ℃	0.2 ℃	0.2 ℃	0.2 ℃
長目盛線	1 ℃ ごと	1 ℃ ごと	1 ℃ ごと	1 ℃ ごと	1 ℃ ごと	1 ℃ ごと
目盛数字	2 ℃ ごと	2 ℃ ごと	2 ℃ ごと	2 ℃ ごと	2 ℃ ごと	2 ℃ ごと
全長 (mm)	280〜300	280〜300	280〜300	280〜300	280〜300	280〜300
幹の直径 (mm)	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3
水銀球の長さ (mm)	12〜18	12〜18	12〜18	12〜18	12〜18	12〜18
水銀球の下端から最低目盛線までの距離 (mm)	75〜90	75〜90	75〜90	75〜90	75〜90	75〜90
温度計の上端から最高目盛線までの距離 (mm)	35〜65	35〜65	35〜65	35〜65	35〜65	35〜65
水銀球の下端から浸線までの距離 (mm)	58〜62	58〜62	58〜62	58〜62	58〜62	58〜62
頂部形状	環状	環状	環状	環状	環状	環状
検査温度	−15 ℃, 15 ℃, 45 ℃	45 ℃, 70 ℃, 95 ℃	95 ℃, 120 ℃, 145 ℃	145 ℃, 170 ℃, 195 ℃	195 ℃, 220 ℃, 245 ℃	245 ℃, 280 ℃, 315 ℃
許容誤差	0.2 ℃	0.2 ℃	0.2 ℃	0.2 ℃	0.3 ℃（ただし，検査温度195 ℃ のとき，0.2 ℃）	0.4 ℃（ただし，検査温度315 ℃ のとき，0.5 ℃）

9.63　温度計

温度計　通例，浸線付温度計（棒状）又は日本工業規格の全没式水銀温度計（棒状）の器差試験を行ったものを用いる．ただし，凝固点測定法，融点測定法（第 1 法），沸点測定法及び蒸留試験法には浸線付温度計（棒状）を用いる．（表 9.63）

医 薬 品 各 条

亜鉛華デンプン

Zinc Oxide Starch Powder
酸化亜鉛デンプン

製　法

酸 化 亜 鉛	500 g
デ ン プ ン	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の粉末である．

確認試験

（1）　本品 1 g をるつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（2）　本品 1 g に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ紙上の残留物に水 10 mL を加えて煮沸し，放冷した後，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する（デンプン）．

貯 法 容　器　密閉容器．

亜鉛華軟膏

Zinc Oxide Ointment
酸化亜鉛軟膏

本品は定量するとき，酸化亜鉛（ZnO：81.41）18.5 ～ 21.5 % を含む．

製　法

酸 化 亜 鉛	200 g
流動パラフィン	30 g
白 色 軟 膏	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性　状　本品は白色である．

確認試験　本品 1 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

純度試験　カルシウム，マグネシウム及びその他の異物　本品 2.0 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，希塩酸 6 mL を加え，水浴上で 5 ～ 10 分間加熱するとき，液は無色澄明である．この液をろ過し，ろ液に水 10 mL を加え，次に初め生じた沈殿が消失するまでアンモニア試液を加える．更にシュウ酸アンモニウム試液及びリン酸水素二ナトリウム試液 2 mL ずつを加えるとき，液は変化しないか，又は 5 分間以内に混濁することがあってもわずかである．

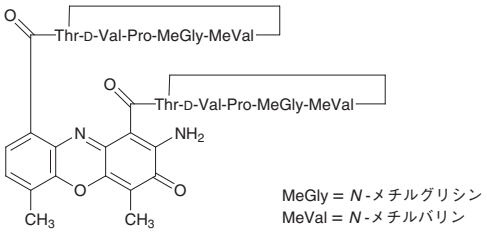
定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，るつぼに入れ，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水 1 mL 及び塩酸 1.5 mL を加えて溶かした後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加えた後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 4.071 mg ZnO

貯 法 容　器　気密容器．

アクチノマイシン D

Actinomycin D
ダクチノマイシン



$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$：1255.42
［*50-76-0*］

本品は，*Streptomyces parvulus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するペプチド系の化合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1 mg 当たり 950 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アクチノマイシン D（$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品はだいだい赤色～赤色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，

本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアクチノマイシン D 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びアクチノマイシン D 標準品 0.1 g ずつをアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/メタノール混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：−292 ～ −317°（乾燥後，10 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定量法 本品及びアクチノマイシン D 標準品を乾燥し，その約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアクチノマイシン D のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アクチノマイシン D（$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：アクチノマイシン D 標準品の秤取量［mg(力価)］

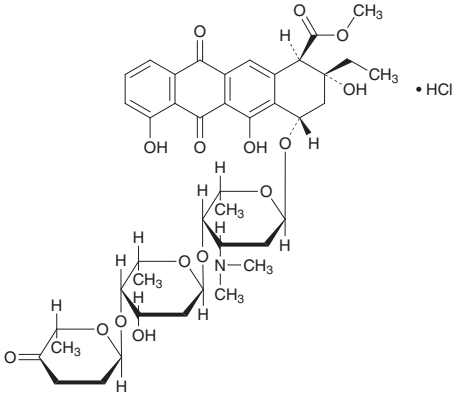
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.02 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム試液/アセトニトリル混液（25：23）
流量：アクチノマイシン D の保持時間が約 23 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，アクチノマイシン D のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，アクチノマイシン D のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

アクラルビシン塩酸塩

Aclarubicin Hydrochloride
塩酸アクラルビシン



$C_{42}H_{53}NO_{15}$・HCl：848.33
Methyl（1*R*,2*R*,4*S*）-4-{2,6-dideoxy-4-*O*-[(2*R*,6*S*)-6-methyl-5-oxo-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]-α-L-*lyxo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,3,6-trideoxy-3-dimethylamino-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy}-2-ethyl-2,5,7-trihydroxy-6,11-dioxo-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-1-carboxylate monohydrochloride ［*75443-99-0*］

本品は，*Streptomyces galilaeus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アクラルビシン（$C_{42}H_{53}NO_{15}$：811.87）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は黄色～微だいだい黄色の粉末である．

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の薄めたメタノール(4 → 5)溶液(3 → 100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：−146 ～ −162°（脱水物に換算したもの 50 mg，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色～微だいだい黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，アクラルビシンに対する相対保持時間が約 0.6 のアクラビノンは 0.2 % 以下，アクラルビシンに対する相対保持時間が約 0.75 のアクラシノマイシン L1 は 0.5 % 以下，アクラルビシンに対する相対保持時間が約 1.7 の 1-デオキシピロマイシンは 1.5 % 以下，及びアクラルビシンに対する相対保持時間が約 2.3 のアクラシノマイシン S1 は 0.5 % 以下である．また，アクラルビシン及び上記の物質のピーク以外のピークの合計面積はアクラルビシンのピーク面積の 1.0 % 以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：436 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：クロロホルム/メタノール/酢酸（100）/水/トリエチルアミン混液（6800：2000：1000：200：1）

流量：アクラルビシンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクラルビシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験溶液とする．システム適合性試験溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たアクラルビシンのピーク面積がシステム適合性試験溶液のアクラルビシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，60 分放置する．この液 1.0 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.0 mL，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液 1.0 mL 及びクロロホルム 1.0 mL を加えて激しくかき混ぜた後，クロロホルム層を分取する．このクロロホルム溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アクラルビシン，1-デオキシピロマイシンの順に溶出し，その分離度は 3.0 以上である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，アクラルビシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　3.5 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール（4 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にアクラルビシン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸（1 → 250）0.6 mL 及び薄めたメタノール（4 → 5）を加えて溶かした後，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 433 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アクラルビシン（$C_{42}H_{53}NO_{15}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：アクラルビシン標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法

保存条件　遮光して 5 ℃ 以下で保存する．

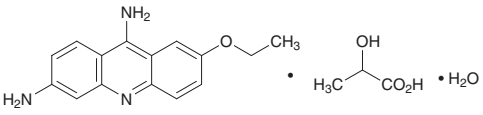
容　　器　気密容器．

アクリノール水和物

Acrinol Hydrate

アクリノール

乳酸エタクリジン



$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$：361.39

2-Ethoxy-6,9-diaminoacridine monolactate monohydrate

［*1837-57-6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アクリノール（$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$：348.38）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品 1 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.0 である．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，室温で約 10 分間放置した後，ろ過するとき，ろ液は乳酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g に水 80 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜ 30 分間放置した後，ろ過し，ろ液 40 mL をとり，希硝酸 7 mL

及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 4 mL，希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.026 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 揮発性脂肪酸 本品 0.5 g に水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液を加温するとき，揮発性脂肪酸のにおいを発しない．

（4） 類縁物質 本品 10 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液を標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアクリノール以外のピーク面積は，標準溶液（2）のアクリノールのピーク面積の 3 倍より大きくない．また，試料溶液のアクリノール以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）のアクリノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム 7.8 g を水 900 mL に溶かし，リン酸で pH を 2.8 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 700 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 300 mL を加えた液に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を溶解する．

流量：アクリノールの保持時間が約 15 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクリノールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液（2）10 μL から得たアクリノールのピーク面積が，標準溶液（1）のアクリノールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液（1）10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アクリノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液（1）10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アクリノールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 4.5 ～ 5.5 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.27 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かした後，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）60 mL を加え，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 34.34 mg $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アクリノール・亜鉛華軟膏

Acrinol and Zinc Oxide Ointment

アクリノール酸化亜鉛軟膏

製 法

アクリノール，微末	10 g
亜鉛華軟膏	990 g
全 量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は黄色である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g にジエチルエーテル 5 mL，希塩酸 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，水層は暗赤色を呈する（アクリノール）．

（2） 本品 0.5 g を強熱して灰化し，残留物を希塩酸 5 mL に溶かした液は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 0.5 g にジエチルエーテル 5 mL，酢酸（100）1 mL 及び水 5 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．別にアクリノール 5 mg を酢酸（100）1 mL 及び水 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/エタノール（95）/酢酸（100）混液（40：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，青色の蛍光を発し，それらの R_f 値は等しい．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アクリノール・チンク油

Acrinol and Zinc Oxide Oil

製 法

アクリノール，微末	10 g
チンク油	990 g
全 量	1000 g

以上をとり，研和して製する．

性 状 本品は黄白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の

一部を分離する．

確認試験

（1） 本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL，酢酸（100）2 mL 及び水 10 mL を加えてよく振り混ぜ，水層を分取する．これに塩酸 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，液は暗赤色を呈する（アクリノール）．

（2） 本品 1 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（3） 本品 0.2 g にエタノール（95）20 mL 及び酢酸（100）1 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアクリノール 5 mg をエタノール（95）50 mL 及び酢酸（100）2.5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，青色の蛍光を発し，それらの R_f 値は等しい．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

複方アクリノール・チンク油

Compound Acrinol and Zinc Oxide Oil

製　法

アクリノール，微末	10 g
チンク油	650 g
アミノ安息香酸エチル，細末	50 g
サラシミツロウ	20 g
親水ワセリン	270 g
全　　量	1000 g

以上をとり，研和して製する．

性　状　本品は淡黄色～黄色である．長く静置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験

（1） 本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL，酢酸（100）2 mL 及び水 10 mL を加えてよく振り混ぜ，水層を分取する．これに塩酸 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，液は暗赤色を呈する（アクリノール）．

（2） 本品 1 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（3） 本品 0.2 g にエタノール（95）20 mL 及び酢酸（100）1 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアクリノール 5 mg 及びアミノ安息香酸エチル 25 mg をそれぞれエタノール（95）50 mL 及び酢酸（100）2.5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液（1）から得たスポットは青色の蛍光を発し，それらの R_f 値は等しい．また，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液（2）から得たスポットは，紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

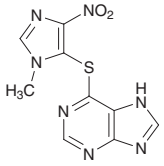
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アザチオプリン

Azathioprine



$C_9H_7N_7O_2S$：277.26

6-(1-Methyl-4-nitro-1*H*-imidazol-5-ylthio)purine

[*446-86-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジン又は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 5 mL に希塩酸 1 mL 及び亜鉛粉末 0.01 g を加え，5 分間放置するとき，液は黄色を呈する．この液をろ過して得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液は赤色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 1 mL にリンタングステン酸試液 0.5 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.03 g をとり，水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は硫酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

（4） 本品 0.01 g を 2 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアザチオプリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，15 分間よく振り混ぜ，毎分 10000 回転で 5 分間遠心分離した後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 40 mL にメチルレッド試液 2 滴を加え，試料溶液とする．

（i） 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（ii） 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（3） 硫酸塩〈1.14〉（2）のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 10 mg に移動相 80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアザチオプリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアザチオプリンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：296 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液溶液（1 → 2）に薄めたリン酸（3 → 2000）を加えて pH を 2.5 に調整する．この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：アザチオプリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアザチオプリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たアザチオプリンのピーク面積が，標準溶液のアザチオプリンの面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg に水 80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とする．この液 2 mL をとり，別に安息香酸 0.06 g をメタノール 3 mL に溶かし，水を加えて 10 mL とした液 2 mL を加えた後，移動相を加えて 25 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アザチオプリン，安息香酸の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アザチオプリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 27.73 mg $C_9H_7N_7O_2S$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

アザチオプリン錠
Azathioprine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するアザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$：277.26）を含む．

製法 本品は「アザチオプリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「アザチオプリン」0.01 g に対応する量をとり，水 50 mL を加え，加温してよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL につき，「アザチオプリン」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）のろ液 1 mL につき，「アザチオプリン」の確認試験（2）を準用する．

（3） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．

（4） 本品を粉末とし，表示量に従い「アザチオプリン」0.1 g に対応する量をとり，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアザチオプリン標準品 0.1 g をアンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）10

mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）/ギ酸 *n*-ブチル/1,2-ジクロロエタン混液（15：10：5：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にアザチオプリン標準品を 105 ℃ で 5 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アザチオプリン標準品の秤取量（mg）

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

亜酸化窒素
Nitrous Oxide

N_2O：44.01

本品は定量するとき，亜酸化窒素（N_2O）97.0 vol％ 以上を含む．

性状 本品は室温，大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品 1 mL は温度 20 ℃，気圧 101.3 kPa で，水 1.5 mL 又はエタノール（95）0.4 mL に溶け，ジエチルエーテル又は脂肪油にやや溶けやすい．

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.96 g である．

確認試験

（1） 本品に木片の燃えさしを入れるとき，木片は直ちに燃える．

（2） 本品及び亜酸化窒素 1 mL ずつを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，定量法の操作条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピークの保持時間は，亜酸化窒素の保持時間に一致する．

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上，18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で，気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする．

（1） 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びブロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え，5 分間煮沸する．その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A，B 及び C に入れる．更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を，B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え，密栓して冷却する．次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき，液の色は B 管中の液のだいだい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない．

（2） 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える．

（3） 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり，これに酢酸（100）1 滴ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 2000 mL を（1）と同様の方法で 30 分間で通じるとき，A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり，これに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL ずつを加え，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の色は B 液の色と同じである．

（5） 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり，これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の混濁は B 液の混濁と同じである．

（6） 一酸化炭素 本品 5.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，一酸化炭素の流出位置にピークを認めない．

操作条件
検出器：熱伝導度型検出器
カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする．
カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：水素又はヘリウム
流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する．
カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL

及び空気 0.1 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて 100 mL とし，よく混合する．その 5.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素，一酸化炭素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する．

定 量 法　本品の採取は純度試験を準用する．

本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，空気のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合して標準混合ガスとする．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積 A_S を求める．

亜酸化窒素（N_2O）の量（vol%）= $100 - 3 \times (A_T / A_S)$

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，窒素，本品の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき，試験を 5 回繰り返すとき，窒素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

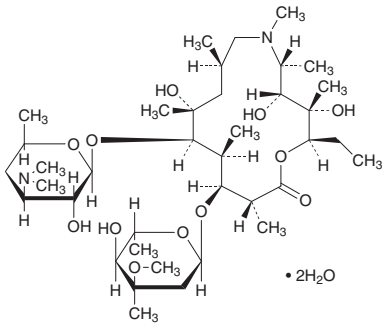
保存条件　40 ℃ 以下で保存する．

容　　器　耐圧金属製密封容器．

アジスロマイシン水和物

Azithromycin Hydrate

アジスロマイシン



$C_{38}H_{72}N_2O_{12}$・$2H_2O$：785.02

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,11*R*,12*R*,13*S*,14*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-10-aza-6,12,13-trihydroxy-2,4,6,8,10,11,13-heptamethylhexadecan-14-olide dihydrate

［*117772-70-0*］

本品はエリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 945 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アジスロマイシン（$C_{38}H_{72}N_2O_{12}$：748.98）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアジスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－45 ～ －49°（脱水物に換算したもの 0.4 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈2.48〉　4.0 ～ 5.0 %（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びアジスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル/水混液（3：2）に溶かし，内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えた後，アセトニトリル/水混液（3：2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アジスロマイシン（$C_{38}H_{72}N_2O_{12}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アジスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4,4′-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノンのアセトニトリル溶液（3 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸一水素カリウム 6.97 g を水 750 mL に溶かし，水酸化カリウム試液を加えて pH を 11.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 400 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 600 mL を加える．

流量：アジスロマイシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

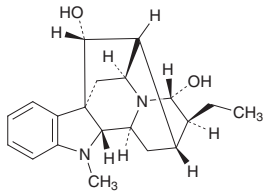
システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アジスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

アジマリン
Ajmaline



$C_{20}H_{26}N_2O_2$：326.43
(17*R*,21*R*)-Ajmalan-17,21-diol ［*4360-12-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，メタノール，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約 195 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL に硝酸 3 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　（1）の試料溶液をろ紙上にスポットし，ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，スポットはだいだい色を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（249 nm）：257 ～ 271（乾燥後，2 mg，エタノール（95），100 mL）．

$E^{1\%}_{1cm}$（292 nm）：85 ～ 95（乾燥後，2 mg，エタノール（95），100 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋136 ～ ＋151°（乾燥後，0.5 g，クロロホルム，50 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/ジエチルアミン混液（5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.6 g，減圧，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL 及び非水滴定用アセトン 50 mL を加えて溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.32 mg $C_{20}H_{26}N_2O_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

アジマリン錠
Ajmaline Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するアジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$：326.43）を含む．

製　法　本品は「アジマリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アジマリン」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アジマリン」の確認試験を準用する．

（2）　（1）の残留物 0.01 g をエタノール（95）100 mL に溶かす．この液 10 mL にエタノール（95）を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 247 ～ 251 nm 及び 291 ～ 294 nm に吸収の極大を示し，269 ～ 273 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を

用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用アジマリンを 80 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 288 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$

W_S：定量用アジマリンの秤取量（mg）
C ：1 錠中のアジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）約 0.3 g に対応する量を精密に量り，アンモニア水（28）15 mL を加え，クロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水 10 mL で洗い，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．容器及び残留物をクロロホルム 10 mL ずつで 2 回洗い，ろ過する．全ろ液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水酢酸 50 mL 及び非水滴定用アセトン 50 mL を加えて溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.32 mg $C_{20}H_{26}N_2O_2$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

亜硝酸アミル
Amyl Nitrite

$C_5H_{11}NO_2$：117.15

本品は 3-メチル-1-ブタノールの亜硝酸エステルで，少量の 2-メチル-1-ブタノール及び他の同族体の亜硝酸エステルを含む．

本品は定量するとき，亜硝酸アミル（$C_5H_{11}NO_2$ として）90.0 % 以上を含む．

性 状 本品は淡黄色澄明の液で，特異な果実ようのにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は光又は熱によって変化する．

本品は常温で揮散しやすく，低温でも引火しやすい．

沸点：約 97 ℃

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比 重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.871 ～ 0.880

純度試験

（1） 酸 本品 5 mL を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴の混液に加えて振り混ぜ，1 分間放置するとき，水層の淡赤色は消えない．

（2） 水分 本品 2.0 mL をとり，氷水中で 5 分間放置するとき，混濁しない．

（3） アルデヒド 硝酸銀試液/無アルデヒドエタノール混液（1：1）3 mL に初めに生じた沈殿が消えるまでアンモニア試液を滴加する．この液に本品 1.0 mL を加えて 60 ～ 70 ℃ で 1 分間加温するとき，液は褐色～黒色を呈しない．

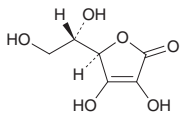
（4） 蒸発残留物 本品 10.0 mL を水浴上で引火に注意してドラフト内で蒸発し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，残留物は 1.0 mg 以下である．

定 量 法 メスフラスコにエタノール（95）10 mL を入れて，質量を精密に量り，これに本品約 0.5 g を加え，再び精密に量る．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，更に塩素酸カリウム溶液（1 → 20）15 mL 及び希硝酸 10 mL を加え，直ちに密栓して 5 分間激しく振り混ぜる．これに水を加えて正確に 100 mL とし，振り混ぜ，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 35.14 mg $C_5H_{11}NO_2$

貯 法
保存条件 遮光して，火気を避け，冷所に保存する．
容 器 内容 10 mL 以下の密封容器．

アスコルビン酸
Ascorbic Acid
ビタミン C



$C_6H_8O_6$：176.12
L-*threo*-Hex-2-enono-1,4-lactone ［*50-81-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL ずつをとり，過マンガン酸カリウム試液 1 滴を滴加するとき，また，2,6-ジク

ロロインドフェノールナトリウム試液 1 ～ 2 滴を滴加するとき，いずれも試液の色は直ちに消える．

（2） 本品 0.1 g をメタリン酸溶液（1 → 50）100 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を加えた後，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 1000）1 滴及びピロール 1 滴を加え，50 ℃ で 5 分間加温するとき，液は青色を呈する．

旋 光 度 〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：＋20.5 ～ ＋21.5°（2.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH 〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 2.2 ～ 2.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属 〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量 〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，メタリン酸溶液（1 → 50）50 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定 〈2.50〉 する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 8.806 mg $C_6H_8O_6$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アスコルビン酸散

Ascorbic Acid Powder

ビタミン C 散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 120 % に対応する L–アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$：176.12）を含む．

製 法 本品は「アスコルビン酸」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5 g に対応する量をとり，水 30 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL ずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.01 g に対応する量をとり，メタリン酸溶液（1 → 50）10 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL につき，「アスコルビン酸」の確認試験（2）を準用する．

純度試験 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定 量 法 本品の L–アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液で繰り返し抽出し，全抽出液を合わせてろ過し，メタリン酸・酢酸試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更にメタリン酸・酢酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液が 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定 〈2.50〉 する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液
1 mL
＝ A mg $C_6H_8O_6$

ただし，A は次の滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液の標定によって定める．

滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液

調製 炭酸水素ナトリウム 42 mg を水 50 mL に溶かし，更に 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.05 g を溶かし，水を加えて 200 mL とし，ろ過する．用時製する．

標定 アスコルビン酸標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，その 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜ，滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液で 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定 〈2.50〉 する．同様の方法で空試験を行い，補正し，この試液 1 mL に対応する L–アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）の量 A mg を計算する．

貯 法 容 器 気密容器．

アスコルビン酸注射液

Ascorbic Acid Injection

ビタミン C 注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応する L–アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$：176.12）を含む．

製 法 本品は「アスコルビン酸」をとり，ナトリウム塩とし，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5 g に対応する容量をとり，水を加えて 25 mL とし，この液 5 mL ずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」5 mg に対応する容量をとり，メタリン酸溶液（1 → 50）を加えて 5 mL とし，「アスコルビン酸」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH 〈2.54〉 5.6 ～ 7.4

採取容量 〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の L–アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）約 0.1 g に対応する容量を，必要ならばメタリン酸・酢酸試液で薄めた後，正確に量り，メタリン酸・酢酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液

が 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1 mL = *A* mg $C_6H_8O_6$

ただし，*A* は次の滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液の標定によって定める．

滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液

調製　炭酸水素ナトリウム 42 mg を水 50 mL に溶かし，更に 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.05 g を溶かし，水を加えて 200 mL とし，ろ過する．用時製する．

標定　アスコルビン酸標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，その 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜ，滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液で 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，この試液 1 mL に対応する L-アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）の量 *A* mg を計算する．

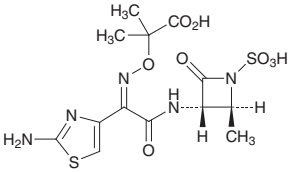
貯　法

保存条件　空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　密封容器．

アズトレオナム

Aztreonam



$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$：435.43

2-{(*Z*)-(2-Aminothiazol-4-yl)-[(2*S*,3*S*)-2-methyl-4-oxo-1-sulfoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy}-2-methyl-1-propanoic acid　[*78110-38-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アズトレオナム（$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアズトレオナム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシドに混在する軽水素体を内部基準物質とし，その化学シフトを 2.50 ppm として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に多重線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 9：1 である．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－26 ～ －32°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.2 ～ 2.8 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.1 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.04 g を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアズトレオナム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアズトレオナムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアズトレオナム以外のピークの合計面積は標準溶液のアズトレオナムのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアズトレオナムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，この液 25 μL から得たアズトレオナムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のアズトレオナムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：定量法で得た標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アズトレオナムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アズトレオナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びアズトレオナム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水 70 mL に溶かし，

内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアズトレオナムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アズトレオナム（$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

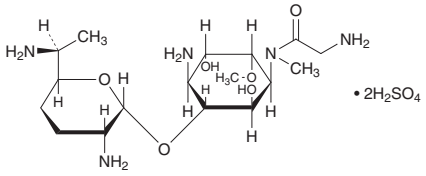
W_S：アズトレオナム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4-アミノ安息香酸溶液（1 → 6250）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：硫酸水素テトラブチルアンモニウム 1.7 g を水 300 mL に溶かし，0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液で pH を 3.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 650 mL にメタノール 350 mL を加える．
流量：アズトレオナムの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アズトレオナムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアズトレオナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

アストロマイシン硫酸塩

Astromicin Sulfate
硫酸アストロマイシン



$C_{17}H_{35}N_5O_6 \cdot 2H_2SO_4$：601.65
2,6-Diamino-2,3,4,6,7-pentadeoxy-β-L-*lyxo*-heptopyranosyl-(1→3)-4-amino-1-(2-aminoacetyl-*N*-methylamino)-1,4-dideoxy-6-*O*-methyl-1L-*chiro*-inositol disulfate
［*72275-67-3*］

本品は，*Micromonospora olivasterospora* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 610 ～ 680 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アストロマイシン（$C_{17}H_{35}N_5O_6$：405.49）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，エチレングリコールにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びアストロマイシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 10 mL に溶かす．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たアストロマイシンのピークの保持時間は標準溶液から得たアストロマイシンのピークの保持時間と等しい．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，反応コイル温度，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応液流量は純度試験（3）の試験条件を準用する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を加えても沈殿は溶けない．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+90 ～ +110°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，アストロマイシンのピークに対する相対保持時間約 0.1 の類縁物質Ⅲ及び相対保持時間約 1.2 の類縁物質Ⅰのピーク面積は標準溶液のアストロマイシンのピーク面積より大きくなく，相対保持時間約 0.8 の類縁物質Ⅱのピーク面積は標準溶液のアストロマイシンのピーク面積の 2.0 倍より大きくない．また，アストロマイシンのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のアストロマイシンのピーク面積の 3.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：340 nm，蛍光波長：430 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.25 mm，長さ 150 cm のステンレス管

反応コイル温度：50 ℃

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 → 1000）25 mL 及び酢酸（100）1 mL を無水硫酸ナトリウム溶液（71 → 2000）800 mL に溶かし，水を加えて 1000 mL とする．

反応試薬：水酸化カリウム 11.2 g，ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル 0.458 g，*o*-フタルアルデヒド 0.300 g 及び 2-メルカプトエタノール 1 mL をホウ酸溶液（31 → 1000）400 mL に溶かし，水を加えて 500 mL とする．

反応温度：50 ℃

移動相流量：毎分 0.7 mL

反応液流量：毎分 0.2 mL

面積測定範囲：アストロマイシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を量り，水を加えて 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たアストロマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のアストロマイシンのピーク面積の 1.5 ～ 2.5 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 5 mL 及び L-バリン溶液（1 → 5000）2 mL をとり，水 100 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，L-バリン，アストロマイシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アストロマイシンのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アストロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　8.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）を用いる）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

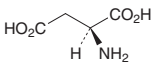
（iii） 標準溶液　アストロマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸（1 → 1000）に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　器　気密容器．

L-アスパラギン酸

L-Aspartic Acid



$C_4H_7NO_4$：133.10

(2*S*)-2-Aminobutanedioic Acid

[*56-84-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アスパラギン酸（$C_4H_7NO_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶ける．

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

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+24.0 ～ +26.0°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.4 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 2.5 ～ 3.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶

かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，希硝酸 6 mL 及び水 20 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，希塩酸 5 mL 及び水 30 mL に溶かし，水を加えて 45 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える（0.028 % 以下）．

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

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

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

（7） 類縁物質 本品 0.20 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール/酢酸（100）混液（97：3）溶液（1 → 100）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水 50 mL に加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

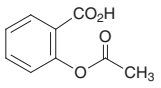
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 13.31 mg $C_4H_7NO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

アスピリン

Aspirin

アセチルサリチル酸



$C_9H_8O_4$：180.16

2-Acetoxybenzoic acid ［*50-78-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アスピリン（$C_9H_8O_4$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶，粒又は粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は湿った空気中で徐々に加水分解してサリチル酸及び酢酸になる．

融点：約 136 ℃（あらかじめ浴液を 130 ℃ に加熱しておく）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて 5 ～ 6 分間煮沸し，冷後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.5 g に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，希硫酸 10 mL を加えるとき，酢酸のにおいを発し，白色の沈殿を生じる．また，この沈殿をろ過して除き，ろ液にエタノール（95）3 mL 及び硫酸 3 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を温炭酸ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） サリチル酸 本品 2.5 g をエタノール（95）に溶かし 25 mL とし，この 1.0 mL をとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，30 秒間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：サリチル酸 0.100 g を水に溶かし，酢酸（100）1 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．この液 1.0 mL をとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL にエタノール（95）1 mL 及び水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，30 秒間放置する．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 1.8 g に水 75 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 75 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.015 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉（3）のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.040 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 2.5 g をアセトン 30 mL に溶

かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は比較液 Q より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（3 g，シリカゲル，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 45.04 mg $C_9H_8O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

アスピリン錠

Aspirin Tablets

アセチルサリチル酸錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するアスピリン（$C_9H_8O_4$：180.16）を含む．

製 法 本品は「アスピリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.1 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えて 5 ～ 6 分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.5 g に対応する量をとり，温エタノール（95）10 mL ずつで振り混ぜて 2 回抽出し，抽出液を合わせてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，以下「アスピリン」の確認試験（2）を準用する．

純度試験 サリチル酸 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」1.0 g に対応する量をとり，エタノール（95）15 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 1.0 mL をとり新たに製した希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，以下「アスピリン」の純度試験（2）を準用する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アスピリン（$C_9H_8O_4$）約 1.5 g に対応する量を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，以下「アスピリン」の定量法を準用する．

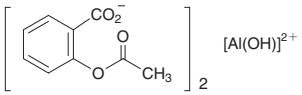
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 45.04 mg $C_9H_8O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

アスピリンアルミニウム

Aspirin Aluminum

アセチルサリチル酸アルミニウム



$C_{18}H_{15}AlO_9$：402.29

Bis(2-acetoxybenzoato)hydroxoaluminium ［*23413-80-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アスピリン（$C_9H_8O_4$：180.16）83.0 ～ 90.0 % 及びアルミニウム（Al：26.98）6.0 ～ 7.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に分解しながら溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，必要ならば加温して溶かす．この液 2 mL に塩酸を加えて中性とし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 定量法（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 279 nm に吸収の極大を示す．

（3） 本品 2 g を白金るつぼにとり，炭化するまで強熱し，残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加えて 20 分間強熱する．冷後，残留物に希塩酸 15 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．このろ液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） サリチル酸塩 定量法（1）で得た A_{T2} と A_{S2} から次の式によって，サリチル酸塩〔サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）として〕の量を求めるとき，その量は換算した脱水物に対し 7.5 % 以下である．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_{T2} / A_{S2}) \times (1 / 4)$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を磁製るつぼにとり，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が発生し，更に白煙がなくなるまで弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．灰化が不十分のときには，更に硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，同様に弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，完全に灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，以下第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 15 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，赤

色が消えるまでかき混ぜながら塩酸を滴加する．更に塩酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間冷却し，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，残留物を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL で 2 回洗い，洗液はろ液に合わせ，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（0.15 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法

（1）　アスピリン　本品約 0.1 g を精密に量り，フッ化ナトリウム試液 40 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，更に時々振り混ぜ，10 分間放置する．次にクロロホルム 20 mL ずつで 6 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，更にクロロホルムを加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．またアスピリン標準品をデシケーター（シリカゲル）で 5 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液（1）の波長 278 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1}，並びに 308 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．また標準溶液（2）の波長 278 nm における吸光度 A_{S3} を測定する．

アスピリン（$C_9H_8O_4$）の量（mg）

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T1} - \dfrac{A_{T2} \times A_{S1}}{A_{S2}}}{A_{S3}} \right]$$

W_S：アスピリン標準品の秤取量（mg）

（2）　アルミニウム　本品約 0.4 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を滴加して pH を約 1 とし，更に pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL 及び Cu–PAN 試液 0.5 mL を加え，煮沸しながら，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり，1 分間以上持続したときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

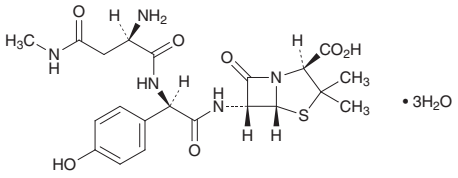
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

貯　法　容　　器　密閉容器．

アスポキシシリン水和物

Aspoxicillin Hydrate

アスポキシシリン



$C_{21}H_{27}N_5O_7S \cdot 3H_2O$：547.58

(2*S*,5*R*,6*R*)–6–[(2*R*)–2–[(2*R*)–2–Amino–3–methylcarbamoylpropanoylamino]–2–(4–hydroxyphenyl)acetylamino]–3,3–dimethyl–7–oxo–4–thia–1–azabicyclo[3.2.0]heptane–2–carboxylic acid trihydrate　[*63358–49–6*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アスポキシシリン（$C_{21}H_{27}N_5O_7S$：493.53）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*–ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水にやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 4000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋170 ～ ＋185°（脱水物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.05 g を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶

液のアスポキシシリン以外の各々のピークの面積は，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のアスポキシシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アスポキシシリンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアスポキシシリンのピーク面積が，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アスポキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉 9.5 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びアスポキシシリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水適量に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え，アセトニトリル 6.5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アスポキシシリン（$C_{21}H_{27}N_5O_7S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アスポキシシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*N*−(3−ヒドロキシフェニル)アセトアミド溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル 130 mL に pH 3.0 のリン酸二水素カリウム試液を加えて 1000 mL とする．

流量：アスポキシシリンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

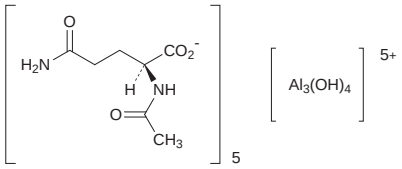
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスポキシシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法　**容　器**　気密容器．

アセグルタミドアルミニウム

Aceglutamide Aluminum



$C_{35}H_{59}Al_3N_{10}O_{24}$：1084.84

Pentakis[(2*S*)−2−acetylamino−4−carbamoylbutanoato]tetrahydroxotrialuminium

［*12607−92−0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセグルタミド（$C_7H_{12}N_2O_4$：188.18）85.4 ～ 87.6 % 及びアルミニウム（Al：26.98）7.0 ～ 8.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，収れん性の苦味を有する．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品及びアセグルタミド標準品 0.03 g を量り，それぞれを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−プロパノール/水/酢酸（100）混液（16：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．薄層板にブロモクレゾールグリンのエタノール（95）溶液（1 → 1000）を均等に噴霧し，更に薄めたアンモニア水（28）（1 → 100）を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは淡黄色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）本品の希塩酸溶液（1 → 20）はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−5.5 ～ −7.5°（乾燥物に換算したもの 2 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を磁製るつぼにとり，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．灰化が不十分なときは，更に硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，同様に弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に 2-アセトアミドグルタルイミド 10 mg を移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の 2-アセトアミドグルタルイミドのピーク面積は標準溶液（2）の 2-アセトアミドグルタルイミドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアセグルタミド及び 2-アセトアミドグルタルイミド以外の各々のピーク面積は標準溶液（1）のアセグルタミドのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のアセグルタミド及び 2-アセトアミドグルタルイミド以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のアセグルタミドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アセグルタミドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法（1）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液（1）5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，この液 20 μL から得たアセグルタミドのピーク面積が標準溶液の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液（1）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセグルタミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，130 ℃，5 時間）．

定 量 法

（1）アセグルタミド　本品約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にアセグルタミド標準品約 45 mg を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アセグルタミド（$C_7H_{12}N_2O_4$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：アセグルタミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　チミンのメタノール溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸（1 → 1000）/メタノール混液（99：1）

流量：アセグルタミドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセグルタミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） アルミニウム　本品約 3 g を精密に量り，希塩酸 20 mL を加え，60 分間水浴上で加熱し，冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）50 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

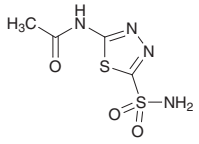
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 1.349 mg Al

貯 法 容 器　気密容器．

アセタゾラミド

Acetazolamide

アセタゾールアミド



$C_4H_6N_4O_3S_2$：222.25

N-(5-Sulfamoyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)acetamide

[*59-66-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセタゾラミド（$C_4H_6N_4O_3S_2$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 255 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，次に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.1 g 及び硫酸銅（Ⅱ）五水和物 0.05 g を水 10 mL に溶かした液 5 mL を加えるとき，液は淡黄色を呈し，更に 5 分間加熱するとき，こ

の呈色は徐々に濃くなる．

（2） 本品 0.02 g に希塩酸 2 mL を加えて 10 分間煮沸し，冷後，水 8 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 0.2 g に粒状の亜鉛 0.5 g 及び薄めた塩酸（1 → 2）5 mL を加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙を黒変する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.5 g に水 75 mL を加え，時々振り混ぜながら 70 ℃ で 20 分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える．(0.014 % 以下)．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉（2）で得たろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)．

（5） 銀還元性物質　本品 5 g を無アルデヒドエタノール 5 mL で潤した後，水 125 mL 及び硝酸 10 mL を加え，更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 5 mL を正確に加え，遮光して 30 分間かき混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，ろ過器上の残留物を水 10 mL ずつで 2 回洗い，洗液をろ液に合わせる．この液に硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 5 mL を加え，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は 4.8 mL 以上である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (0.5 g，105 ℃，3 時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (0.5 g)．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，水 400 mL を加えて水浴中で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，更に水を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 265 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

アセタゾラミド（$C_4H_6N_4O_3S_2$）の量（mg）
$= (A / 474) \times 200000$

貯　法

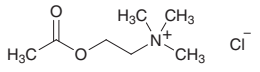
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

注射用アセチルコリン塩化物

Acetylcholine Chloride for Injection

注射用塩化アセチルコリン



$C_7H_{16}ClNO_2$：181.66

2-Acetoxy-*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium chloride

［*60-31-1*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセチルコリン塩化物（$C_7H_{16}ClNO_2$）98.0 ～ 102.0 % 及び塩素（Cl：35.45）19.3 ～ 19.8 % を含み，表示量の 93 ～ 107 % に対応するアセチルコリン塩化物（$C_7H_{16}ClNO_2$）を含む．

製　法　本品は注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

本品は極めて吸湿性である．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉 149 ～ 152 ℃　本品及び融点測定用毛細管を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，直ちに融封して測定する．

純度試験

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

（2） 酸　本品 0.10 g に新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 1 滴を加え，試料溶液とする．試料溶液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液の色は青色である．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g)．

定 量 法

（1） アセチルコリン塩化物　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約 0.5 g を精密に量り，水 15 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え，ゆるく栓をし，水浴上で 30 分間加熱し，速やかに冷却し，過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 18.17 mg $C_7H_{16}ClNO_2$

（2） 塩素　（1）の滴定終了後の液を更に 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウ

ム試液 3 滴).

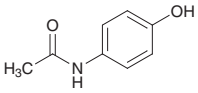
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.545 mg Cl

貯 法 容 器 密封容器.

アセトアミノフェン

Acetaminophen

パラセタモール



$C_8H_9NO_2$：151.16

N−(4−Hydroxyphenyl)acetamide ［*103−90−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アセトアミノフェン（$C_8H_9NO_2$）98.0 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアセトアミノフェン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融 点〈*2.60*〉 169 ～ 172 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 4.0 g に水 100 mL を加え，加熱して溶かし，氷水中で振り混ぜながら冷却した後，常温になるまで放置し，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉（1）のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（5） 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 1 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセトアミノフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアセトアミノフェンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.7 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液（4：1）

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 5 分になるように調整する.

カラムの選定：本品及び塩酸 4−アミノフェノール 0.01 g ずつをメタノール 1 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とする．この液 1 mL をとり，移動相を加えて 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4−アミノフェノール，アセトアミノフェンの順に溶出し，その分離度が 7 以上のものを用いる.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセトアミノフェンの保持時間の約 6 倍の範囲

検出感度：標準溶液 10 μL から得たアセトアミノフェンのピーク高さがフルスケールの約 15 % になるように調整する.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.3 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法 本品及びアセトアミノフェン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，メタノール 2 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 3 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 244 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する.

アセトアミノフェン（$C_8H_9NO_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アセトアミノフェン標準品の秤取量（mg）

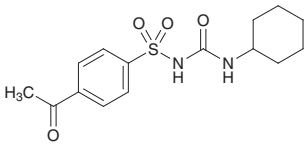
貯 法

保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

アセトヘキサミド

Acetohexamide



$C_{15}H_{20}N_2O_4S$：324.40

4−Acetyl−*N*−(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

［*968−81−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アセトヘキサミド（$C_{15}H_{20}N_2O_4S$）98.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末である.

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 185 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.10 g をメタノール 100 mL に溶かす．この液 5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL 及びメタノール 75 mL を加え，試料溶液（1）とする．試料溶液（1）につき，メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，試料溶液（1）10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液（2）とする．試料溶液（2）につき，メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.5 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.010 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質

（ⅰ） シクロヘキシルアミン 本品 1.0 g を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 30 mL を正確に加えて溶かし，ヘキサン 5 mL を正確に加えて 60 分間激しく振り混ぜた後，5 分間放置する．上層液をとり，試料溶液とする．別にシクロヘキシルアミン 50 mg を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 300 mL とする．この液 30 mL を正確に量り，ヘキサン 5 mL を正確に加えて 60 分間激しく振り混ぜた後，5 分間放置する．上層液をとり，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のシクロヘキシルアミンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積は，標準溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを厚さ 1.5 μm で被覆する．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：150 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：シクロヘキシルアミンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

スプリット比：1：1

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，シクロヘキシルアミンのピークの理論段数は 8000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シクロヘキシルアミンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

（ⅱ） ジシクロヘキシルウレア 本品 1.0 g を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加えて溶かし，メタノール 20 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸（1 → 10）5 mL を正確に加えて 15 分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液 10 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジシクロヘキシルウレア 50 mg を正確に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸（1 → 10）5 mL を正確に加えて振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積は，標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水酸化ナトリウム 0.5 g を 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 1000 mL に溶かし，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 6.5 に調整する．この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える．

流量：ジシクロヘキシルウレアの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件

で操作するとき，ジシクロヘキシルウレアのピークの理論段数は 10000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジシクロヘキシルウレアのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（iii） その他の類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL ずつを正確に量り，アセトンを加えて正確に 10 mL 及び 25 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）/シクロヘキサン混液（6：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，水 10 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 30 mL に水 19 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

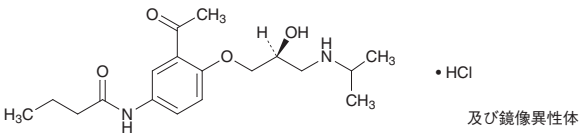
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 32.44 mg $C_{15}H_{20}N_2O_4S$

貯 法 容 器　密閉容器．

アセブトロール塩酸塩

Acebutolol Hydrochloride

塩酸アセブトロール



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl：372.89

N−{3−Acetyl−4−[(2*RS*)−2−hydroxy−3−(1−methylethyl)aminopropyloxy]phenyl}butanamide monohydrochloride ［*34381−68−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アセブトロール塩酸塩（$C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融　点〈2.60〉　141 ～ 145 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 40 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1−ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

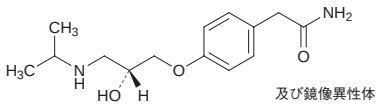
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.29 mg $C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl

貯 法 容 器　密閉容器．

アテノロール

Atenolol



$C_{14}H_{22}N_2O_3$：266.34

2-(4-{(2*RS*)-2-Hydroxy-3-[(1-methylethyl)amino]propyloxy}phenyl)acetamide

[*29122-68-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アテノロール（$C_{14}H_{22}N_2O_3$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 25）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　152 ～ 156 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアテノロール以外のピークの面積は，標準溶液のアテノロールのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のアテノロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のアテノロールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：226 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.4 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 3.0 に調整した液 40 容量にメタノール 9 容量及びテトラヒドロフラン 1 容量を加える．この液 1000 mL に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1 g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 0.4 g を溶かす．

流量：アテノロールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：アテノロールの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たアテノロールのピーク面積が，標準溶液から得たアテノロールのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アテノロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アテノロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

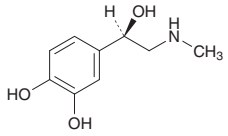
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.63 mg　$C_{14}H_{22}N_2O_3$

貯 法 容 器　気密容器．

アドレナリン

Adrenaline

エピネフリン



$C_9H_{13}NO_3$：183.20

(1*R*)-1-(3,4-Dihydroxyphenyl)-2-(methylamino)ethanol

[*51-43-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を薄めた酢酸（31）（1 → 500）10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2）　（1）の試料溶液 1 mL ずつを試験管 A 及び B に

とり，A に pH 3.5 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL を，B に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加える．それぞれにヨウ素試液 1 mL ずつを加えて 5 分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液 2 mL ずつを加えるとき，A は赤色を呈し，B は濃赤色を呈する．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−50.0 ～ −53.5°（乾燥後，1 g，1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を希塩酸 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は色の比較液 A より濃くない．

（2） アドレナロン　本品 50 mg を 0.05 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.40 以下である．

（3） ノルアドレナリン　本品 10.0 mg をとり，L-酒石酸のメタノール溶液（1 → 200）2.0 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，ピリジン 3.0 mL を加え，更に新たに製したナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液 1.0 mL を加え，暗所で 30 分間放置する．この液に L-アスコルビン酸 0.05 g を含むピリジン 5.0 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品 2.0 mg 及びアドレナリン酒石酸水素塩標準品 90 mg にメタノールを加えて溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，同様に操作する．

乾燥減量 〈2.41〉 1.0 % 以下（2 g，減圧，シリカゲル，18 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.32 mg $C_9H_{13}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容器　気密容器．

アドレナリン液

Adrenaline Solution

エピネフリン液

塩酸アドレナリン液

塩酸エピネフリン液

本品は定量するとき，アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$：183.20）0.085 ～ 0.115 w/v% を含む．

製法

アドレナリン	1 g
塩化ナトリウム	8.5 g
薄めた塩酸（9 → 100）	10 mL
安定剤	適量
保存剤	適量
精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は無色～わずかに赤色を帯びた澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり，次に褐色となる．

pH：2.3 ～ 5.0

確認試験

（1） 本品 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2） 本品 1 mL ずつを試験管 A 及び B にとり，以下「アドレナリン」の確認試験（2）を準用する．

定量法　本品 30 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，四塩化炭素 25 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後，放置し，四塩化炭素層を除き，更にこの操作を 3 回繰り返す．分液漏斗の栓及び口は水少量で洗い込む．これにデンプン試液 0.2 mL を加え，振り動かしながらヨウ素試液を滴加し，液が持続する青色に呈したとき，その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナトリウム試液を滴加する．次に分液漏斗の口に付着しないように炭酸水素ナトリウム 2.1 g を加えて振り混ぜ，大部分の炭酸水素ナトリウムを溶かし，この液の中に無水酢酸 1.0 mL を速やかに注入する．直ちに軽く栓をし，ガスの発生がやむまで放置した後，激しく振り混ぜ，5 分間放置した後，クロロホルム 25 mL ずつで 6 回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して 3 mL とする．この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み，再び加熱して蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷した後，その質量 W（mg）を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 5 mL とする．この液につき，層長 100 mm で比旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$ を測定する．

アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$）の量（mg）

$= W \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]_D^{20}|) / 93\} \times 0.5923$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

アドレナリン注射液

Adrenaline Injection

エピネフリン注射液

塩酸アドレナリン注射液

塩酸エピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$：183.20）0.085 ～ 0.115 w/v% を含む．

製　法　本品は「アドレナリン」をとり，薄めた「塩酸」(9 → 10000) に溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり，次に褐色となる．

pH：2.3 ～ 5.0

確認試験

（1）　本品 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2）　本品 1 mL ずつを試験管 A 及び B にとり，以下「アドレナリン」の確認試験（2）を準用する．

採取容量 *〈6.05〉*　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 30 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，四塩化炭素 25 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後，放置し，四塩化炭素層を除き，更にこの操作を 3 回繰り返す．分液漏斗の栓及び口は水少量で洗い込む．これにデンプン試液 0.2 mL を加え，振り動かしながらヨウ素試液を滴加し，液が持続する青色を呈したとき，その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナトリウム試液を滴加する．次に分液漏斗の口に付着しないように炭酸水素ナトリウム 2.1 g を加えて振り混ぜ，大部分の炭酸水素ナトリウムを溶かし，この液の中に無水酢酸 1.0 mL を速やかに注入する．直ちに軽く栓をし，ガスの発生がやむまで放置した後，激しく振り混ぜ，5 分間放置した後，クロロホルム 25 mL ずつで 6 回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して 3 mL とする．この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み，再び加熱して蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷した後，その質量 W（mg）を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 5 mL とする．この液につき，層長 100 mm で比旋光度 *〈2.49〉*$〔\alpha〕_D^{20}$ を測定する．

アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$）の量（mg）
$= W \times \{0.5 + (0.5 \times |〔\alpha〕_D^{20}|) / 93\} \times 0.5923$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

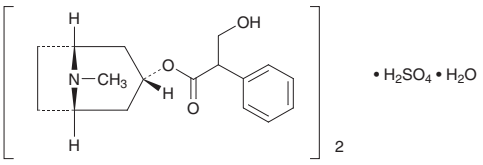
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アトロピン硫酸塩水和物

Atropine Sulfate Hydrate

アトロピン硫酸塩

硫酸アトロピン



$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83

(1*R*, 3*r*, 5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl［(2*RS*)-3-hydroxy-2-phenyl]propanoate hemisulfate hemihydrate［*5908-99-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アトロピン硫酸塩〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：676.82〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：188 ～ 194 ℃（分解）．乾燥後，180 ℃ の浴液中に挿入し，1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱を続ける．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 50）2 mL にテトラクロロ金（Ⅲ）酸試液 4 ～ 5 滴を加えるとき，光沢を帯びない黄白色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 25）5 mL にアンモニア試液 2 mL を加えて 2 ～ 3 分間放置した後，析出した結晶をろ取し，水で洗い，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥したものの融点 *〈2.60〉* は 115 ～ 118 ℃ である．

（4）　本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応 *〈1.09〉* を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（3）　類縁物質　本品 0.25 g を薄めた塩酸（1 → 10）1 mL に溶かし，水を加えて 15 mL とし，試料溶液とする．

（ⅰ）　試料溶液 5 mL にヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

（ⅱ）　試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加えて強く振り混ぜるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，その 7 mL をとり，5 分間放置する．

（4） ヒヨスチアミン　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液につき層長 100 mm で比旋光度〈2.49〉を測定するとき，$[\alpha]_D^{20}$ は −0.60 ～ +0.10° である．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 4.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），110 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 33.84 mg $(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯 法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

アトロピン硫酸塩注射液

Atropine Sulfate Injection
硫酸アトロピン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83〕を含む．

製 法 本品は「アトロピン硫酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．
pH：4.0 ～ 6.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」1 mg に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アトロピン硫酸塩水和物」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」5 mg に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．不溶物が残るときは，残留物を粉砕し，静置後，上澄液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 10 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水/アンモニア水（28）混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 10 分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，だいだい色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

エンドトキシン〈4.01〉 75 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕約 5 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5) \times 1.0266$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 0.4 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．
流量：アトロピンの保持時間が約 16 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

亜ヒ酸パスタ
Arsenical Paste

本品は定量するとき，三酸化ヒ素（As_2O_3：197.84）36.0 ～ 44.0 % を含む．

製　法

三酸化ヒ素，細末	40 g
プロカイン塩酸塩，細末	10 g
親水軟膏	30 g
チョウジ油	適量
薬用炭	適量
全量	100 g

「三酸化ヒ素」及び「プロカイン塩酸塩」をとり，「親水軟膏」と混和し，「チョウジ油」を加えて適当の稠度とした後，「薬用炭」を加えて着色する．

性　状　本品は灰黒色で，チョウジ油のにおいがある．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を小フラスコにとり，発煙硝酸 5 mL 及び硫酸 5 mL を加え，直火で加熱し，反応液が無色となり白煙を生じたとき，冷却し，注意して水 20 mL 中に加え，温時，硫化水素試液 10 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる（三酸化ヒ素）．

（2）　本品 0.5 g にジエチルエーテル 25 mL，希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する（プロカイン塩酸塩）．

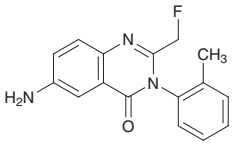
（3）　本品 0.5 g にジエチルエーテル 25 mL 及び水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸プロカイン 0.01 g を水 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（50：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定量法　本品約 0.3 g を精密に量り，150 mL のケルダールフラスコに入れ，発煙硝酸 5 mL 及び硫酸 10 mL を加えてよく混ぜ，注意して初め弱く，後に強く加熱する．赤色の酸化窒素ガスの発生が少なくなったとき，加熱をやめ，冷後，更に発煙硝酸 5 mL を加えて再び加熱し，赤色の酸化窒素ガスの発生がやみ，反応液が澄明になったとき，加熱をやめて放冷する．次にシュウ酸アンモニウム飽和溶液 30 mL を加え，再び加熱して硫酸の白煙が発生してから，更に 10 分間加熱し，シュウ酸を完全に分解する．冷後，あらかじめ水 40 mL を入れた共栓フラスコに無色の反応液を注意して移し，ケルダールフラスコを水 60 mL でよく洗い，洗液を先の共栓フラスコ中に加えて放冷する．これにヨウ化カリウム 3 g を加えて溶かし，室温で暗所に 45 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 5 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 4.946 mg As_2O_3

貯法容器　気密容器．

アフロクアロン
Afloqualone
アフロクァロン



$C_{16}H_{14}FN_3O$：283.30
6-Amino-2-fluoromethyl-3-(2-tolyl)-3*H*-quinazolin-4-one
[*56287-74-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アフロクアロン（$C_{16}H_{14}FN_3O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 150000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品 1.0 g を遮光した容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL にブロモチモールブルー試液 2 滴を加えるとき，液は黄色を呈する．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は青色に変わる．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々

のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアフロクアロンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 7.2 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 5.5 に調整する．この液 600 mL にアセトニトリル 400 mL を加える．

流量：アフロクアロンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアフロクアロンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たアフロクアロンのピーク面積が，標準溶液のアフロクアロンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01 g を移動相に溶かし，パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液（1 → 2000）5 mL を加えた後，移動相を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アフロクアロン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アフロクアロンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，塩酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 28.33 mg $C_{16}H_{14}FN_3O$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アヘン末

Powdered Opium

OPIUM PULVERATUM

本品はケシ *Papaver somniferum* Linné（*Papaveraceae*）から得たあへんを均質な粉末としたもの，又はこれにデンプン若しくは「乳糖水和物」を加えたものである．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）9.5 ～ 10.5 % を含む．

性 状 本品は黄褐色～暗褐色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めたエタノール（7 → 10）5 mL を加え，10 分間超音波処理した後，薄めたエタノール（7 → 10）を加えて 10 mL とする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に「モルヒネ塩酸塩水和物」25 mg，「コデインリン酸塩水和物」12 mg，「パパベリン塩酸塩」2 mg 及び「ノスカピン塩酸塩水和物」12 mg をそれぞれ薄めたエタノール（7 → 10）25 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び各標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（20：20：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい（モルヒネ，コデイン，パパベリン，ノスカピン）．

（2） 本品 0.1 g に水 5 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（3 → 10）1 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．この液に，直ちにジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層は赤紫色を呈しない（メコン酸）．

乾燥減量〈*2.41*〉 8.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法 本品約 5 g を精密に量り，乳鉢に入れ，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，水酸化カルシウム 2 g 及び正確に水 40 mL を加えて 20 分間かき混ぜた後，ろ過する．ろ液 30 mL に硫酸マグネシウム七水和物 0.1 g を加え，1 分間振り混ぜ，水酸化カルシウム 0.3 g を加えて 1 分間振り混ぜ，1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL を正確に量り，共栓フラスコに入れ，ジエチルエーテル 10 mL 及び塩化アンモニウム 0.3 g を加え，注意して激しく振り混ぜ，結晶が析出し始めたとき，振り混ぜ機を用い，30 分間振り動かし，5 ～ 10 ℃ で一夜放置した後，初めジエチルエーテル層を，次に水層を直径 7 cm のろ紙を用いてろ過する．共栓フラスコに付着した結晶をジエチルエーテルを飽和した水 5 mL ずつで 3 回洗い，毎回の洗液でろ紙上の結晶を洗い，最後にジエチルエーテルを飽和した水 5 mL で共栓フラスコの口及びろ紙の上辺を洗う．結晶はろ紙と共にビーカーに移し，正確に 0.05 mol/L 硫酸 15 mL を量り，この液で共栓フラスコ中の結晶を先のビーカーに洗い込む．共栓フラスコは水 5 mL ずつで 4 回洗い，洗液はビーカーの液に合わせ，過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 4 滴）．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

アヘン散
Diluted Opium Powder

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製　法

アヘン末	100 g
デンプン又は適当な賦形剤	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．本品には「乳糖水和物」を加えない．

性　状　本品は淡褐色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験（2）を準用する．

定 量 法　本品約 50 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，希エタノール 250 mL を加え，40 ℃ の水浴中で 1 時間かき混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ過器上の残留物を先の共栓フラスコに移し，希エタノール 50 mL を加え，40 ℃ の水浴中で 10 分間かき混ぜた後，先のガラスろ過器を用いてろ過し，希エタノール 50 mL ずつを用い，更に 3 回この操作を繰り返す．全ろ液を乳鉢に合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）10 mL を加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

アヘンチンキ
Opium Tincture

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.93 ～ 1.07 w/v% を含む．

製　法

アヘン末	100 g
35 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，35 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は暗赤褐色の液である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 1 mL に薄めたエタノール（7 → 10）を加えて 10 mL とする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「アヘン末」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アヘン末」の確認試験（2）を準用する．

アルコール数〈*1.01*〉　3.5 以上（第 1 法）．

定 量 法　本品 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）10 mL を加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アヘンアルカロイド塩酸塩
Opium Alkaloids Hydrochlorides

塩酸アヘンアルカロイド

オピアル

本品はあへん中の数種の主要なアルカロイドの塩酸塩である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）47.0 ～ 52.0 % 及び他のアルカロイド 35.0 ～ 41.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡褐色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．別に「モルヒネ塩酸塩水和物」60 mg，「ノスカピン塩酸塩水和物」40 mg，「コデインリン酸塩水和物」10 mg 及び「パパベリン塩酸塩」10 mg をそれぞれ薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び各標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（20：20：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい（モルヒネ，ノスカピン，コデイン及びパパベリン）．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 420 nm の吸光度を測定するとき，0.20 以下である．

（2） メコン酸　本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし，あらかじめ水 5 mL を通したカラム（55 ～ 105 μm の前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル約 0.36 g を内径約 1

cm のポリエチレン製のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に注入する．次に水 5 mL，メタノール 5 mL，0.1 mol/L 塩酸 10 mL の順にカラムを洗浄し，1 mol/L 塩酸 2 mL を通し，溶出液を試験液とする．試験液に希水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化鉄(Ⅲ)試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（0.5 g，120 ℃，8 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 60 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液のモルヒネ，コデイン，パパベリン，テバイン，ナルセイン及びノスカピンのピーク面積 A_{T1}，A_{T2}，A_{T3}，A_{T4}，A_{T5} 及び A_{T6} 並びに標準溶液のモルヒネのピーク面積 A_S を測定する．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg) $= W_S \times (A_{T1} / A_S) \times 0.8867$

他のアルカロイドの量（mg）

$= W_S \times \{(A_{T2} + 0.29A_{T3} + 0.20A_{T4} + 0.19A_{T5} + A_{T6}) / A_S\} \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

ただし，下記の条件で操作するとき，コデイン，パパベリン，テバイン，ナルセイン及びノスカピンのモルヒネに対する相対保持時間は以下のとおりである．

成分名	相対保持時間
コデイン	1.1
パパベリン	1.9
テバイン	2.5
ナルセイン	2.8
ノスカピン	3.6

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL を加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：「モルヒネ塩酸塩水和物」60 mg，「コデインリン酸塩水和物」10 mg，「パパベリン塩酸塩」10 mg 及び「ノスカピン塩酸塩水和物」40 mg に水を加えて溶かし，50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，コデイン，パパベリン，ノスカピンの順に溶出し，それぞれのピークは完全に分離し，モルヒネとコデインの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，モルヒネのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アヘンアルカロイド塩酸塩注射液

Opium Alkaloids Hydrochlorides Injection

塩酸アヘンアルカロイド注射液

オピアル注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 w/v% を含む．

製 法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験 本品 1 mL にエタノール（99.5）1 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の定量法（1）を準用する．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

Opium Alkaloids and Atropine Injection

オピアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 w/v% 及びアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$

・H_2SO_4・H_2O：694.83〕0.027～0.033 w/v% を含む．

製　法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20 g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3 g
注射用水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験

（1）本品 1 mL にエタノール（99.5）1 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL につき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットの内，R_f 値約 0.2 のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（アトロピン）．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　モルヒネ　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2）　アトロピン硫酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL を加える．この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2–ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O〕の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 1.027$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル–メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：アトロピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件

で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

オピスコ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）1.80 ～ 2.20 w/v% 及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31）0.054 ～ 0.066 w/v% を含む．

製　法

アヘンアルカロイド塩酸塩	40 g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.6 g
注射用水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験

（1） 本品 1 mL に水 1 mL 及びエタノール（99.5）2 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 mL に水 1 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加える．以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットの内，R_f 値約 0.7 のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（スコポラミン）．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） モルヒネ　本品 1 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL を加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2） スコポラミン臭化水素酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL を加える．この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品（別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 60 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する

スコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4$･HBr･$3H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 1.146$

W_S：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル–メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素又はヘリウム
流量：スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スコポラミンの順に流出し，その分離度は 6 以上である．
システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection
弱オピスコ注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 w/v% 及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4$・HBr・$3H_2O$：438.31）0.027 ～ 0.033 w/v% を含む．

製　法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20 g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.3 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．
本品は光によって変化する．
pH：2.5 ～ 3.5

確認試験
（1）　本品 1 mL にエタノール（99.5）1 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．
（2）　本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL につき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットの内，R_f 値約 0.7 のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（スコポラミン）．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法
（1）　モルヒネ　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL を加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．
流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2） スコポラミン臭化水素酸塩水和物　本品 4 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL を加える．この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品（別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 60 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4$･HBr･$3H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 1.1406$

W_S：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スコポラミンの順に流出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

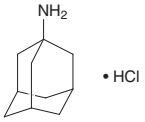
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アマンタジン塩酸塩

Amantadine Hydrochloride

塩酸アマンタジン



$C_{10}H_{17}N$・HCl：187.71

Tricyclo[3.3.1.1^{3,7}]dec-1-ylamine monohydrochloride

[*665-66-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アマンタジン塩酸塩（$C_{10}H_{17}N$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g にピリジン 1 mL 及び無水酢酸 0.1 mL を加え，1 分間煮沸して溶かした後，希塩酸 10 mL を加え，氷水中で冷却する．析出した結晶をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 147 ～ 151 ℃ である．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

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

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.50 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜる．漏斗上に無水硫酸ナトリウム 3 g をのせた脱脂綿を用いてクロロホルム層をろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアマンタジン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアマンタジンのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のアマンタジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物（L）及び水酸化カリウムを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ 2 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：125 ℃ 付近の一定温度で注入し，5 分間保った後，150 ℃ になるまで 1 分間に 5 ℃ の割合で昇温し，150 ℃ 付近の一定温度に 15 分間保つ．

キャリヤーガス：窒素

流量：アマンタジンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

カラムの選定：ナフタレン 0.15 g を試料溶液 5 mL に溶かし，クロロホルムを加えて 100 mL とする．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナフタレン，アマンタジンの順に溶出し，その分離度が 2.5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たアマンタジンのピーク高さが，フルスケールの約 10 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアマンタジンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）を加えて 70 mL とし，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

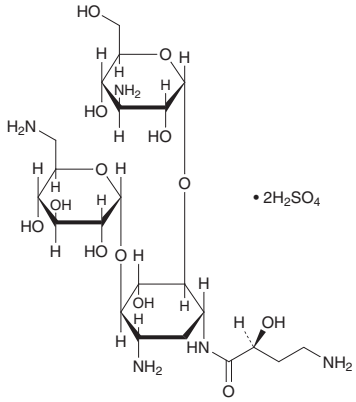
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.77 mg $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

アミカシン硫酸塩

Amikacin Sulfate

硫酸アミカシン



$C_{22}H_{43}N_5O_{13} \cdot 2H_2SO_4$：781.76

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-1-*N*-[(2*S*)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine disulfate ［*39831-55-5*］

本品は，カナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 691 ～ 791 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アミカシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{13}$：585.60）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアミカシン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びアミカシン硫酸塩標準品 0.1 g ずつを水 4 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/アンモニア水（28）/メタノール/テトラヒドロフラン混液（1：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応（1） 〈*1.09*〉 を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+76 ～ +84°（1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.10 g を水 4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/アンモニア水（28）/メタノール/テトラヒドロフラン混液（1：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　4.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品及びアミカシン硫酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 50 mL とする．それぞれの液 200 μL ずつを正確に栓付き試験管にとり，ピリジン 3 mL 及び 2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸溶液（1 → 100）2 mL ずつを正確に加えて密栓し，70 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，酢酸（100）2 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアミカシン誘導体のピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

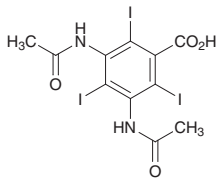
アミカシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{13}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (H_T / H_S) \times 1000$

W_S：アミカシン硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム 2.72 g を水 800 mL に溶かし，水酸化カリウム溶液（1 → 40）で pH を 6.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 280 mL にメタノール 720 mL を加えて混和する．
流量：アミカシン誘導体の保持時間が約 9 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：本品約 5 mg（力価）及び硫酸カナマイシン約 5 mg（力価）を水 5 mL に溶かす．この液 200 μL を栓付き試験管にとり，ピリジン 3 mL 及び 2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸溶液（1 → 100）2 mL を加えて密栓し，70 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，酢酸（100）2 mL を加えた液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アミカシン誘導体，カナマイシン誘導体の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アミカシン誘導体のピーク高さの相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器　密封容器．

アミドトリゾ酸
Amidotrizoic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91
3,5-Bis(acetylamino)-2,4,6-triiodobenzoic acid［*117-96-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

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

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 芳香族第一アミン　本品 0.20 g をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）0.4 mL，水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.15 以下である．

（3） 可溶性ハロゲン化物　本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし，更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL をネスラー管にとり，エタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈1.03〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし，エタノール（95）を加えて 50 mL とする．

（4） ヨウ素　本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.6 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3.3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.46 mg $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するアミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）を含む．

製　法

（1）	アミドトリゾ酸（無水物として）	522.77 g
	水酸化ナトリウム	25.16 g
	メグルミン	43.43 g
	注射用水	適 量
	全　　量	1000 mL
（2）	アミドトリゾ酸（無水物として）	471.78 g
	水酸化ナトリウム	5.03 g
	メグルミン	125.46 g
	注射用水	適 量
	全　　量	1000 mL
（3）	アミドトリゾ酸（無水物として）	597.30 g
	水酸化ナトリウム	6.29 g
	メグルミン	159.24 g
	注射用水	適 量
	全　　量	1000 mL

以上（1），（2）又は（3）をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」1 g に対応する容量をとり，水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「アミドトリゾ酸」の確認試験（2）を準用する．

（2） 本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉

製法（1）によるもの　$[\alpha]_D^{20}$：－1.01 ～ －1.17°（100 mm）．

製法（2）によるもの　$[\alpha]_D^{20}$：－2.91 ～ －3.36°（100 mm）．

製法（3）によるもの　$[\alpha]_D^{20}$：－3.69 ～ －4.27°（100 mm）．

pH〈*2.54*〉　6.0 ～ 7.7

純度試験

（1） 芳香族第一アミン　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.20 g に対応する容量をとり，水 6 mL を加えて混和した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，以下「アミドトリゾ酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.19 以下である．

（2） ヨウ素及びヨウ化物　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.25 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とし，希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 0.10 mL に水 20 mL を加え，更に希硝酸 5 mL，クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉　本品の表示量に従い 1 mL 中にアミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）0.20 g を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のアミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用アミドトリゾ酸（別途「アミドトリゾ酸」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り，メグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の秤取量（mg）

内標準溶液　アセトリゾン酸 0.06 g をメグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及びリン酸水素二カリウム 7.0 g を水 750 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 800 mL とする．この液にアセトニトリル 210 mL を加えて混和する．

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アミドトリゾ酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アミドトリゾ酸メグルミン注射液

Meglumine Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）46.9 ～ 51.8 w/v% を含む．

製　法

アミドトリゾ酸（無水物として）	493.2 g
メグルミン	156.8 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 2 mL に水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「アミドトリゾ酸」の確認試験（2）を準用する．

（2）　本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：−3.63 ～ −4.20°（100 mm）．

pH〈2.54〉　6.0 ～ 7.7

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品 0.40 mL をとり，水 6 mL を加えて混和した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，以下「アミドトリゾ酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.19 以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品 0.50 mL に水を加えて 20 mL とし，希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 0.10 mL に水 20 mL を加え，更に希硝酸 5 mL，クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉　本品をとり，1 mL 中に本品 0.40 mL を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用アミドトリゾ酸（別途「アミドトリゾ酸」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り，メグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の秤取量（mg）

内標準溶液　アセトリゾン酸 0.06 g をメグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及び

リン酸水素二カリウム 7.0 g を水 750 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 800 mL とする．この液にアセトニトリル 210 mL を加えて混和する．

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アミドトリゾ酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

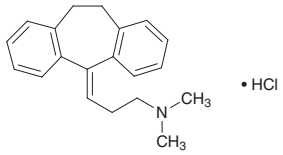
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アミトリプチリン塩酸塩

Amitriptyline Hydrochloride

塩酸アミトリプチリン



$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$：313.86

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

[*549-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色～微黄色の結晶性の粉末で，味は苦く，麻ひ性である．

本品は水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

確認試験

（1）　本品 5 mg を硫酸 3 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する．この液に二クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき，液の色は暗褐色に変わる．

（2）　本品の水溶液（1 → 500）1 mL に希硝酸 0.5 mL を加えて酸性とし，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアミトリプチリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　195 ～ 198 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7∶3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.39 mg $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アミトリプチリン塩酸塩錠

Amitriptyline Hydrochloride Tablets

塩酸アミトリプチリン錠

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するアミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$：313.86）を含む．

製　法　本品は「アミトリプチリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アミトリプチリン塩酸塩」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で約 2 mL になるまで濃縮し，液が混濁を生じるまでジエチルエーテルを加えて放置する．析出した結晶をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，このものにつき，「アミトリプチリン塩酸塩」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

（2）　（1）の結晶に水を加えて溶かした液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 238 ～ 240 nm に吸収の極大を示し，228 ～ 230 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にアミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）約 11 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にアミトリプチリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて

正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）の表示量に対する溶出率（%）

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

W_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のアミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）75 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にアミトリプチリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）の量（mg）

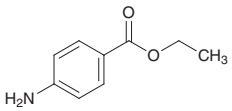
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

アミノ安息香酸エチル

Ethyl Aminobenzoate
アネスタミン
ベンゾカイン



$C_9H_{11}NO_2$：165.19
Ethyl 4-aminobenzoate ［*94-09-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アミノ安息香酸エチル（$C_9H_{11}NO_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はやや苦く，舌を麻ひする．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g に水 5 mL を加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.05 g に酢酸（31）2 滴及び硫酸 5 滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

融 点〈2.60〉 89 ～ 91 ℃

純度試験

（1） 酸 本品 1.0 g を中和エタノール 10 mL に溶かし，水 10 mL，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 塩化物 本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，希硝酸 2 ～ 3 滴及び硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

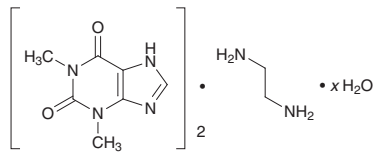
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，塩酸 10 mL 及び水 70 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 16.52 mg $C_9H_{11}NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

アミノフィリン水和物

Aminophylline Hydrate
アミノフィリン



$C_{14}H_{16}N_8O_4 \cdot C_2H_8N_2 \cdot xH_2O$
1,3-Dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione
hemi(ethylenediamine) hydrate ［*5877-66-5*，二水和物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$：180.16）84.0 ～ 86.0 % 及びエチレンジアミン（$C_2H_8N_2$：60.10）14.0 ～ 15.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかにアンモニアようのにおいがあり，味は苦い．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1 g に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき，ほとんど溶け，2 ～ 3 分後，結晶が析出し始める．この結晶は少量のエチレンジアミンを追加するとき溶ける．

本品は光によって徐々に変化し，空気中に放置するとき，次第にエチレンジアミンを失う．

確認試験

（1）　本品 0.75 g を水 30 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 mL に希塩酸 1 mL を加えるとき，徐々に沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 271 ～ 275 ℃ である．

（2）（1）の結晶 0.1 g を水 50 mL に溶かす．この液 2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，更にタンニン酸試液を滴加するとき，沈殿は溶ける．

（3）（1）の結晶 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき消える．

（4）（1）の結晶 0.01 g を水 5 mL に溶かし，pH 8.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）・ピリジン試液 1 mL を加えて混和した後，クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（5）（1）の試料溶液 5 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えるとき，液は紫色を呈し，更に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，液は青色に変わり，放置するとき，緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 8.0 ～ 9.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　7.9 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1）　テオフィリン　本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL 及びアンモニア試液 8 mL を加え，水浴上で穏やかに加温して溶かす．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え，水浴上で 15 分間加温した後，5 ～ 10 ℃ で 20 分間放置し，沈殿を吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硝酸を加えて中性とし，更に希硝酸 3 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

（2）　エチレンジアミン　本品約 0.5 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 3 滴）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 3.005 mg $C_2H_8N_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アミノフィリン注射液

Aminophylline Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，「アミノフィリン水和物」の表示量の 75 ～ 86 % に対応するテオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$：180.16）及び 13 ～ 20 % に対応するエチレンジアミン（$C_2H_8N_2$：60.10）を含む．

本品の濃度はアミノフィリン二水和物（$C_{16}H_{24}N_{10}O_4 \cdot 2H_2O$：456.46）の量で表示する．

製　法　本品は「アミノフィリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．また，「アミノフィリン水和物」の代わりに「テオフィリン」に対応量の「エチレンジアミン」を用いて製することができる．

本品には安定剤として「アミノフィリン水和物」1 g につき，更に「エチレンジアミン」60 mg 以下を加えることができる．

性　状　本品は無色澄明の液で，味はわずかに苦い．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：8.0 ～ 10.0

確認試験　本品の表示量に従い「アミノフィリン水和物」0.75 g に対応する容量をとり，水を加えて 30 mL とする．この液につき，「アミノフィリン水和物」の確認試験を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　テオフィリン　本品のテオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$）約 0.2 g（「アミノフィリン水和物」約 0.25 g）に対応する容量を正確に量り，水 15 mL，アンモニア試液 8 mL 及び硝酸銀試液 20 mL を加え，水浴上で 15 分間加温した後，5 ～ 10 ℃ で 20 分間冷却し，沈殿をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，水 10 mL ずつで 3 回洗う．沈殿を硝酸 5 mL に溶かし，ガラスろ過器を水 10 mL ずつで 3 回洗う．硝酸液及び洗液を合わせ，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

（2）　エチレンジアミン　本品のエチレンジアミン（$C_2H_8N_2$）約 30 mg（「アミノフィリン水和物」約 0.2 g）に対応する容量を正確に量り，水を加えて 30 mL とし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 2 ～ 3 滴）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 3.005 mg $C_2H_8N_2$

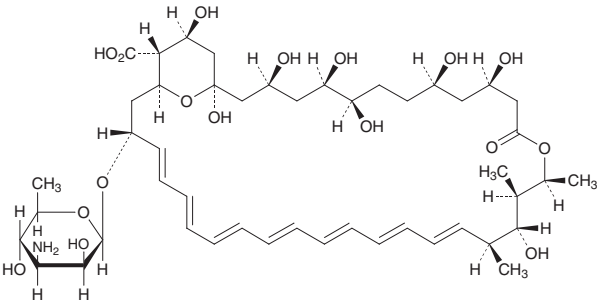
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

アムホテリシン B

Amphotericin B



$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08

(1*R*,3*S*,5*R*,6*R*,9*R*,11*R*,15*S*,16*R*,17*R*,18*S*,19*E*,21*E*,23*E*,25*E*,27*E*,29*E*,31*E*,33*R*,35*S*,36*S*,37*S*)-33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-1,3,5,6,9,11,17,37-octahydroxy-15,16,18-trimethyl-13-oxo-14,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*1397-89-3*]

本品は，*Streptomyces nodosus* の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 840 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，アムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色～だいだい色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）本品 5 mg をジメチルスルホキシド 10 mL に溶かす．この液 1 mL にリン酸 5 mL を加えるとき，2 層の間は青色を呈し，振り混ぜるとき，液は青色を呈する．また，この液に水 15 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄色～淡黄褐色を呈する．

（2）本品 25 mg をジメチルスルホキシド 5 mL に溶かし，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアムホテリシン B 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　アムホテリシン A　本品及びアムホテリシン B 標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれジメチルスルホキシド 10 mL を正確に加えて溶かし，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液（1）とする．別にナイスタチン標準品約 20 mg を精密に量り，ジメチルスルホキシド 40 mL を正確に加えて溶かし，メタノールを加えて正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，試料溶液と同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．波長 282 nm 及び 304 nm におけるそれぞれの吸光度を測定し，次式によりアムホテリシン A の量を求めるとき 5 % 以下である．ただし，注射剤以外の製剤に供する場合のアムホテリシン A の量は 15 % 以下である．

アムホテリシン A の量（%）

$$= \frac{W_S \times \{(A_{Sa1} \times A_{T2}) - (A_{Sa2} \times A_{T1})\} \times 25}{W_T \times \{(A_{Sa1} \times A_{Sb2}) - (A_{Sa2} \times A_{Sb1})\}}$$

W_S：ナイスタチン標準品の量（mg）

W_T：本品の量（mg）

A_{Sa1}：標準溶液（1）の 282 nm における吸光度

A_{Sb1}：標準溶液（2）の 282 nm における吸光度

A_{Sa2}：標準溶液（1）の 304 nm における吸光度

A_{Sb2}：標準溶液（2）の 304 nm における吸光度

A_{T1}：試料溶液の 282 nm における吸光度

A_{T2}：試料溶液の 304 nm における吸光度

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 2）を用いる．

（iii）　円筒カンテン平板の調製　円筒平板法の 5 を準用する．ただし，底の平らなペトリ皿を用い，基層用カンテン培地は分注せず，種層用カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

（iv）　標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．アムホテリシン B 標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，24 時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v）　試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に 20 mL とし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器.

アムホテリシン B 錠
Amphotericin B Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 120.0 % に対応するアムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08）を含む.

製　法　本品は「アムホテリシン B」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「アムホテリシン B」25 mg（力価）に対応する量をとり，ジメチルスルホキシド 5 mL 及びメタノール 45 mL を加えて振り混ぜた後，この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 361 ～ 365 nm，380 ～ 384 nm 及び 403 ～ 407 nm に吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を T とする.

乾燥減量〈2.41〉　5.0 % 以下（0.3 g，減圧，60 ℃，3 時間）.

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（ⅰ）　試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシン B」の定量法を準用する.

（ⅱ）　試料溶液　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品 20 個以上をとり，質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従い「アムホテリシン B」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシド約 70 mL を加えて振り混ぜた後，ジメチルスルホキシドを加えて正確に 100 mL とする．この液の一部を遠心分離し，上澄液を試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯　法　**容　　器**　密閉容器.

アムホテリシン B シロップ
Amphotericin B Syrup

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するアムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08）を含む.

製　法　本品は「アムホテリシン B」をとり，シロップ剤の製法により製する.

確認試験　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」25 mg（力価）に対応する容量をとり，ジメチルスルホキシド 5 mL 及びメタノール 45 mL を加えて振り混ぜた後，この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 361 ～ 365 nm，380 ～ 384 nm 及び 403 ～ 407 nm に吸収の極大を示す.

pH〈2.54〉　5.0 ～ 7.0

微生物限度〈4.05〉　試験を行うとき，本品 1 mL につき，細菌数は 100 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 50 以下である.

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（ⅰ）　試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシン B」の定量法を準用する.

（ⅱ）　試料溶液　本操作は遮光した容器を用いて行う．表示量に従い「アムホテリシン B」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシド約 70 mL を加えて振り混ぜた後，ジメチルスルホキシドを加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　気密容器.

注射用アムホテリシン B
Amphotericin B for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 120.0 % に対応するアムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08）を含む.

製　法　本品は「アムホテリシン B」をとり，注射剤の製法により製する.

性　状　本品は黄色～だいだい色の粉末又は塊である.

確認試験　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」25 mg（力価）に対応する量をとり，ジメチルスルホキシド 5 mL 及びメタノール 45 mL を加えて振り混ぜた後，この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 361 ～ 365 nm，380 ～ 384 nm 及び 403 ～ 407 nm に吸収の極大を示す.

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」50 mg（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かす．この液 1 mL に水を加えて 50 mL とした液の pH は 7.2 ～ 8.0 である.

純度試験　**溶状**　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」50 mg（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色～だいだい色澄明である.

乾燥減量〈2.41〉　8.0 % 以下（0.3 g，減圧，60 ℃，3 時間）.

エンドトキシン〈4.01〉　3.0 EU/mg（力価）未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を T とする.

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する.

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシン B」の定量法を準用する．

（ii）試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う．表示量に従い「アムホテリシン B」約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に 50 mL とし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

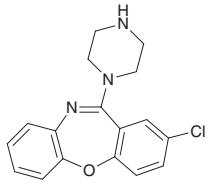
貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 密封容器．

アモキサピン

Amoxapine



$C_{17}H_{16}ClN_3O$：313.78

2-Chloro-11-(piperazin-1-yl)dibenzo[*b*,*f*][1,4]oxazepine

[*14028-44-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アモキサピン（$C_{17}H_{16}ClN_3O$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈*2.60*〉 178 ～ 182 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（15 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.5 g をエタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.4 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

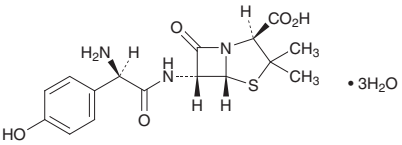
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.69 mg $C_{17}H_{16}ClN_3O$

貯 法 容 器 気密容器．

アモキシシリン水和物

Amoxicillin Hydrate

アモキシシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$：419.45

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate

[*61336-70-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アモキシシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアモキシシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+290 ～ +315°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，硫酸マグネシウム七水和物溶液（1 → 4）2 mL を加えて混和した後，水浴上で加熱して蒸発乾固する．残留物を弱く加熱して炭化し，冷後，硫酸 1 mL を加えて注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し灰化する．冷後，残留物に塩酸 1 mL を加え，水浴上で加温して蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，アンモニア試液で pH を 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL をとり，硫酸マグネシウム溶液（1 → 4）2 mL を加えて混和した後，検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 200）50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 200）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアモキシシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.361 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（31）を用いて pH 4.5 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．

流量：アモキシシリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：アモキシシリンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 200）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアモキシシリンのピーク面積が，標準溶液のアモキシシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アモキシシリンのピークの理論段数は 2500 段以上である．

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

水 分〈2.48〉 11.0 ～ 15.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びアモキシシリン標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをホウ酸溶液（1 → 200）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アモキシシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：アモキシシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.361 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（31）を用いて pH 4.5 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．

流量：アモキシシリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

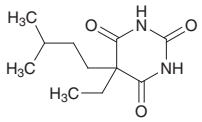
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アモキシシリンのピークの理論段数は 2500 段以上である．

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

貯 法 容 器 気密容器．

アモバルビタール

Amobarbital



$C_{11}H_{18}N_2O_3$：226.27

5-Ethyl-5-(3-methylbutyl)pyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione ［*57-43-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アモバルビタール（$C_{11}H_{18}N_2O_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 5.6 である．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.05 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ～ 3 滴及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えるとき，水層に赤紫色の沈殿を生じ，振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色を呈する．

（3） 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ，4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール（95）7 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，1 時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い，エタノール（95）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 168 ～ 173 ℃ 又は 150 ～ 154 ℃ である．

融　点〈*2.60*〉 157 ～ 160 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

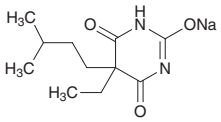
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 22.63 mg $C_{11}H_{18}N_2O_3$

貯 法 容 器 密閉容器．

注射用アモバルビタールナトリウム

Amobarbital Sodium for Injection



$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$：248.25

Monosodium 5-ethyl-5-(3-methylbutyl)-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate ［*64-43-7*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アモバルビタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$）98.5 % 以上を含み，表示量の 92.5 ～ 107.5 % に対応するアモバルビタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$）を含む．

製　法 本品は注射剤の製法により製する．

性　状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 10.0 ～ 11.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 1.5 g を水 20 mL に溶かし，かき混ぜながら希塩酸 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 10 mL で 4 回洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 157 ～ 160 ℃ である．更にこの沈殿につき，「アモバルビタール」の確認試験を準用する．

（2） 本品 0.5 g を強熱し，冷後，残留物を水 10 mL に溶かした液は，ナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を水 49 mL に溶かし，酢酸（100）1 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL，酢酸（100）0.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.018 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g を水 49 mL に溶かし，酢酸（100）1 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL に希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL，酢酸（100）0.5 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を水 45 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後，更に時々振り混ぜながら水浴上で 2 分間加温する．冷後，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，

次のろ液 40 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 2.5 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，希酢酸 2.5 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） 中性又は塩基性物質　本品約 1 g を精密に量り，水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.30 % 以下である．

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

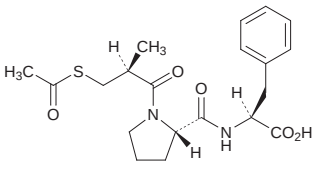
定 量 法 本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．これを乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，エタノール（95）5 mL，希塩酸 10 mL を加え，クロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，ろ過する．ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール（95）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム 160 mL にエタノール（95）30 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 24.83 mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$

貯 法 容 器 密封容器．

アラセプリル

Alacepril



$C_{20}H_{26}N_2O_5S$：406.50

(2*S*)-2-{(2*S*)-1-[(2*S*)-3-(Acetylsulfanyl)-2-methylpropanoyl]pyrrolidine-2-carbonyl}amino-3-phenylpropanoic acid

[*74258-86-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 20 mg に水酸化ナトリウム 0.1 g を加え，徐々に加熱して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，水 2 mL を加えて振り混ぜた後，酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，褐色～黒色の沈殿を生じる．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−81 ～ −85°（乾燥後，0.25 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 153 ～ 157 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をメタノール 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をメタノール 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にメタノール 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 50 mg をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアラセプリル以外のピークの面積は，標準溶液のアラセプリルのピーク面積の 2/5 倍より大きくない．また，試料溶液のアラセプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のアラセプリルのピーク面積より大きくない．ただし，アラセプリルに対する相対保持時間が約 2.3 及び約 2.6 のピークの面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 1.5 及び 1.9 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 100）/アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液（6：2：1：1）

流量：アラセプリルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアラセプリルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 4 mL を正確に量り，エタノール (95) を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアラセプリルのピーク面積が，標準溶液のアラセプリルのピーク面積の 30 ～ 50 % になることを確認する．

システムの性能：アラセプリル 20 mg をパラオキシ安息香酸プロピルのエタノール (95) 溶液 (1 → 80000) 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アラセプリル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アラセプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，メタノール/水混液 (2：1) 75 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.65 mg $C_{20}H_{26}N_2O_5S$

貯 法 容 器 気密容器．

アラセプリル錠
Alacepril Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$：406.50) を含む．

製 法 本品は「アラセプリル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「アラセプリル」0.1 g に対応する量をとり，エタノール (95) 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアラセプリル 10 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール (99.5)/ヘキサン混液 (2：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及び R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 2 mL を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，本品の表示量に従いアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 10 mg 当たり内標準溶液 2 mL を正確に加え，次いでメタノールを加え，時々振り混ぜながら 15 分間超音波照射を行う．更に 15 分間振り混ぜた後，1 mL 中にアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 約 0.5 mg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に V mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の量 (mg)
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50)$

W_S：定量用アラセプリルの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液 (3 → 20000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 約 14 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 14 mg を精密に量り，メタノール 2 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 230 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 300 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定するとき，本品 12.5 mg 錠及び 25 mg 錠の 30 分間の溶出率は 75 % 以上，50 mg 錠の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

アラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S：定量用アラセプリルの秤取量 (mg)

C：1 錠中のアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の表示量 (mg)

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 約 50 mg に対応する量を精密に量り，水 2 mL を加えて潤し，次に内標準溶液 3 mL を正確に加え，更にメタノール 40 mL を加え，15 分間超音波照射し，冷後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とす

る．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用アラセプリルの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（3 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 100）/アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液（13：5：1：1）

流量：アラセプリルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アラセプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

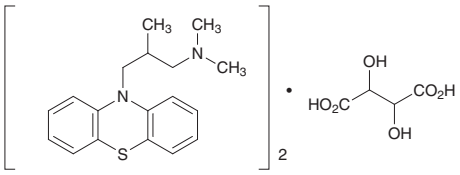
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

アリメマジン酒石酸塩

Alimemazine Tartrate

酒石酸アリメマジン



$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$：746.98

N,*N*,2-Trimethyl-3-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propylamine hemitartrate　［*41375-66-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アリメマジン酒石酸塩〔$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈し，直ちに黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品 1 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する〔水層は（4）の試験に用いる〕．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発し，残留物をデシケーター（酸化リン（Ⅴ））で 16 時間減圧乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 66 ～ 70 ℃ である．

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

（4）　（2）の水層を希酢酸で中和した液は酒石酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

融　点〈2.60〉　159 ～ 163 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の赤色が褐色を経て緑褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
$= 37.35$ mg $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

亜硫酸水素ナトリウム

Sodium Bisulfite

重亜硫酸ナトリウム

$NaHSO_3$：104.06

本品は亜硫酸水素ナトリウム及びピロ亜硫酸ナトリウムの混合物である．

本品は定量するとき，二酸化イオウ（SO_2：64.06）64.0 ～

67.4 % を含む．

性　状　本品は白色の粒又は粉末で，二酸化イオウのにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

本品は空気又は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び亜硫酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

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

（2）　チオ硫酸塩　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を徐々に加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，直ちに正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．次に塩酸 1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 3.203 mg SO_2

貯　法

保存条件　遮光して，なるべく全満し，30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

乾燥亜硫酸ナトリウム

Dried Sodium Sulfite

無水亜硫酸ナトリウム

Na_2SO_3：126.04

本品は定量するとき，亜硫酸ナトリウム（Na_2SO_3）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は約 10 である．

本品は湿った空気中で徐々に変化する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び亜硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　チオ硫酸塩　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし，塩酸 5 mL を徐々に加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かし，塩酸 2 mL を徐々に加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に熱湯 3 mL 及び塩酸 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

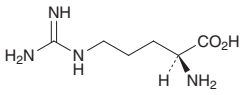
定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，直ちに正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．次に塩酸 1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 6.302 mg Na_2SO_3

貯　法　容　　器　気密容器．

L-アルギニン

L-Arginine



$C_6H_{14}N_4O_2$：174.20

(2*S*)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid

［*74-79-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アルギニン（$C_6H_{14}N_4O_2$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

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

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+ 26.9 ～ + 27.9°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 10.5 ～ 12.0 である．

純度試験

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

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

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

（4） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，水 30 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，希塩酸で中和し，更に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

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

（7） 類縁物質 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/アンモニア水（28）混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，80 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.710 mg $C_6H_{14}N_4O_2$

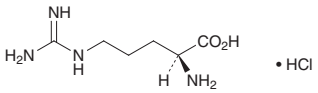
貯 法 容 器 気密容器．

L-アルギニン塩酸塩

L-Arginine Hydrochloride

塩酸アルギニン

塩酸 L-アルギニン



$C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$：210.66

(2*S*)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid monohydrochloride ［*1119-34-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アルギニン塩酸塩（$C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：+21.5 ～ +23.5°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.7 ～ 6.2 である．

純度試験

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

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/水/アンモニア水（28）/1-ブタノール混液（2：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5

分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）45 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.53 mg $C_6H_{14}N_4O_2$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

L−アルギニン塩酸塩注射液

L−Arginine Hydrochloride Injection
塩酸アルギニン注射液
塩酸 L−アルギニン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，L−アルギニン塩酸塩（$C_6H_{14}N_4O_2$・HCl：210.66）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

製 法

L−アルギニン塩酸塩	100 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び 1−ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 1000）1 ～ 2 滴を加え，5 分間放置した後，次亜塩素酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤だいだい色を呈する．

pH 〈*2.54*〉 5.0 ～ 6.0

採取容量 〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質 〈*4.04*〉 容器に 10 mL を超えて充てんされたものは，試験を行うとき，適合する．

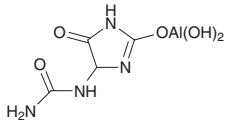
定 量 法 本品 20 mL を正確に量り，7.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

L−アルギニン塩酸塩（$C_6H_{14}N_4O_2$・HCl）の量（mg）
= α_D × 4444

貯 法 容 器 密封容器．

アルジオキサ

Aldioxa
ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート



$C_4H_7AlN_4O_5$：218.10
Dihydroxo(5−oxo−4−ureido−4,5−dihydro−1*H*−imidazol−2−yl)oxoaluminium
［*5579−81−7*］

本品はアラントインと水酸化アルミニウムとの縮合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アラントイン（$C_4H_6N_4O_3$：158.12）65.3 ～ 74.3 % 及びアルミニウム（Al：26.98）11.1 ～ 13.0 % を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液（1 → 100）10 mL を加え，冷後，ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し，更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加え，加温して溶かし，冷却した液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.10 g に希硝酸 6 mL を加え，振り混ぜながら 5 分間煮沸して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.142 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.20 g に希塩酸 6 mL を加え，振り混ぜながら 5 分間煮沸して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3） 硝酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL 及び硫酸 5 mL を注意して加え，振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL を層積するとき，その接界面に褐色の輪帯を生じない．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に塩酸 3 mL 及び水 3 mL を加え，振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 30 mL を加え，加温して振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量 〈*2.41*〉 4.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法

（1） アラントイン　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，希硫酸 50 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.3953 mg $C_4H_6N_4O_3$

（2） アルミニウム　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，希塩酸 50 mL を加え，注意しながら加熱して溶かし，冷後，希塩酸を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にアルミニウム（Al：26.98）16.0 ～ 64.0 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　亜酸化窒素

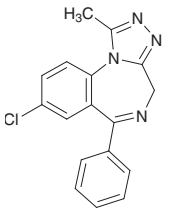
ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.2 nm

貯　法　容　　器　密閉容器．

アルプラゾラム

Alprazolam



$C_{17}H_{13}ClN_4$：308.76

8-Chloro-1-methyl-6-phenyl-4*H*-[1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]benzodiazepine

[*28981-97-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプラゾラム（$C_{17}H_{13}ClN_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 0.7 mL に溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.6 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 4.0 ppm 及び δ 5.4 ppm 付近に二重線のシグナル B 及び C を，δ 7.1 ～ 7.9 ppm に幅広いシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：1：1：8 である．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉 228 ～ 232 ℃

純度試験

（1）塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g を希硝酸 10 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2）重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）類縁物質　本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/ヘキサン/酢酸エチル/エタノール（95）混液（4：2：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，無水酢酸 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

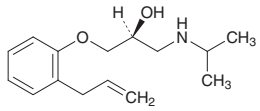
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.44 mg $C_{17}H_{13}ClN_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

アルプレノロール塩酸塩

Alprenolol Hydrochloride

塩酸アルプレノロール



・HCl

及び鏡像異性体

$C_{15}H_{23}NO_2$・HCl：285.81

(2*RS*)−1−(2−Allylphenoxy)−3−[(1−methylethyl)amino]propan−2−ol monohydrochloride

[*13707−88−5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプレノロール塩酸塩（$C_{15}H_{23}NO_2$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 0.05 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する．この液にジエチルエーテル 1 mL を加え，よく振り混ぜて放置するとき，ジエチルエーテル層は赤紫色を呈する．

（2）　本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，臭素試液 1 ～ 2 滴を加え，振り混ぜるとき，試液の色は消える．

（3）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（5）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

融　点〈*2.60*〉　108 ～ 112 ℃

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/アセトン/酢酸（100）/水混液（60：42：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，ヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，減圧，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

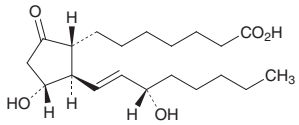
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.58 mg $C_{15}H_{23}NO_2$・HCl

貯 法 容 器　密閉容器．

アルプロスタジル

Alprostadil

プロスタグランジン E_1



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

7−{(1*R*,2*R*,3*R*)−3−Hydroxy−2−[(1*E*,3*S*)−3−hydroxyoct−1−en−1−yl]−5−oxocyclopentyl}heptanoic acid

[*745−65−3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はエタノール（99.5）又はテトラヒドロフランに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 210 nm から波長 350 nm の間に吸収を認めない．また，この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアルプロスタジル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアルプロスタジル標準品

のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：−53 ～ −61°（乾燥後，25 mg，テトラヒドロフラン，5 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 114 ～ 118 ℃

純度試験　類縁物質　本品 4 mg を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間約 0.70 及び約 1.26 のピーク面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 1/2 より大きくなく，試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間約 0.88 及び約 1.18 のピーク面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のアルプロスタジル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 1/10 より大きくない．また，試料溶液のアルプロスタジル以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルプロスタジルの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たアルプロスタジルのピーク面積が標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アルプロスタジルのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

定量法　本品及びアルプロスタジル標準品を乾燥し，その約 5 mg ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，それぞれに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：アルプロスタジル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジメチルの液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：196 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 9.07 g を水に溶かして 1000 mL とした液に，無水リン酸一水素ナトリウム 9.46 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて pH 6.3 に調整する．この液を水で 10 倍に薄める．この液 360 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 110 mL 及び液体クロマトグラフィー用メタノール 30 mL を加える．

流量：アルプロスタジルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

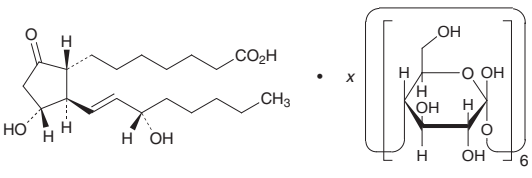
容　　器　気密容器．

アルプロスタジル　アルファデクス

Alprostadil Alfadex

アルプロスタジルアルファデクス

プロスタグランジン E_1 α−シクロデキストリン包接化合物



$C_{20}H_{34}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

7−{(1*R*,2*R*,3*R*)−3−Hydroxy−2−[(1*E*,3*S*)−3−hydroxyoct−1−en−1−yl]−5−oxocyclopentyl}heptanoic acid—α−cyclodextrin [*55648−20−9*]

本品はアルプロスタジルの α−シクロデキストリン包接化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$：354.48）2.8 ～ 3.2 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95），酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液（1）とする．別に本品 0.02 g に酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとり，試料溶液（2）とする．これらの液につき，溶媒を減圧で留去し，残留物に硫酸 2 mL を加えて 5 分間振り混ぜるとき，試料溶液（1）から得た液はだいだい黄色を呈するが，試料溶液（2）から得た液は呈しない．

（2）　本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，溶媒を減圧で留去する．残留物をエタノール（95）2 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 5 mL を加え，氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール（95）溶液（17 → 100）5 mL を加えた後，氷冷して暗所に 20 分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品 0.05 g にヨウ素試液 1 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，放置するとき，暗青色の沈殿を生じる．

（4）　本品の希エタノール溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 220 ～ 400 nm の範囲に吸収を認めない．また，この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+126 ～ +138°（脱水物に換算したもの 0.1 g，希エタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液は無色である．更にこの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.10 以下である．ただし，試験は溶液調製後，30 分間以内に行う．

（2）　プロスタグランジン A_1　本品 0.10 g をとり，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，エタノール（95）を加えて 15 mL とし，試料溶液とする．別にプロスタグランジン A_1 1.5 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，エタノール（95）2 mL 及び水を加えて 15 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，定量法の操作条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジン A_1 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール溶液（1 → 15000）

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をとり，水 3 mL に溶かし，酢酸エチル 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液とする．別にプロスタグランジン A_1 1.0 mg をとり，酢酸エチルに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸（100）混液（10：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにリンモリブデン酸*n*水和物のエタノール（95）溶液（1 → 4）を均等に噴霧し，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットで標準溶液から得たスポットに対応する位置のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉　6.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法　本品約 0.1 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，エタノール（95）を加えて 15 mL とし，試料溶液とする．別にアルプロスタジル標準品約 3 mg を精密に量り，エタノール（95）5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水を加えて 15 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：アルプロスタジル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール溶液（1 → 15000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（3：2）

流量：アルプロスタジルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：本品約 0.1 g を水 5 mL に溶かし，プロスタグランジン A_1 のエタノール（95）溶液（3 → 200000）5 mL 及び内標準溶液 5 mL を加えた液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，内標準物質，プロスタグランジン A_1 の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

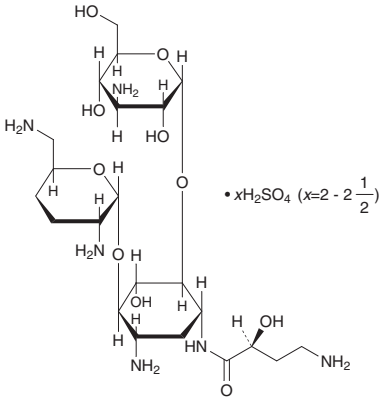
容　　器　気密容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

アルベカシン硫酸塩

Arbekacin Sulfate

硫酸アルベカシン



$C_{22}H_{44}N_6O_{10}\cdot xH_2SO_4$（$x = 2 - 2\frac{1}{2}$）

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-1-*N*-[(2*S*)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*51025-85-5*, アルベカシン]

本品は，ジベカシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 670 ～ 750 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アルベカシン（$C_{22}H_{44}N_6O_{10}$：552.62）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びアルベカシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/メタノール/クロロホルム/エタノール（95）混液（7：6：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 50）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋69 ～ ＋79°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.75 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ジベカシン　本品約 20 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にジベカシン硫酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジベカシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．次式によりジベカシンの量を求めるとき，2.0 % 以下である．

ジベカシンの量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 100$

W_S：ジベカシン硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　硫酸ベカナマイシン溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：蛍光検出器（励起波長：340 nm，蛍光波長：460 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径約 0.3 mm，長さ約 3 m の管

反応コイル温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 8.70 g 及び無水硫酸ナトリウム 8.52 g を水 980 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 230 mL にメタノール 20 mL を加える．

反応試薬：ホウ酸 12.36 g を水 960 mL に溶かし，*o*-フタルアルデヒド 0.4 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かした液を加え，8 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて pH を 10.5 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．更に，この液に 2-メルカプトエタノール 1 mL を加える．

反応温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：毎分 0.5 mL

反応液流量：毎分 1 mL

システム適合性

システムの性能：本品，硫酸ベカナマイシン及び硫酸ジベカシン 20 mg ずつをとり，水 200 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベカナマイシン，アルベカシン，ジベカシンの順に溶出し，ベカナマイシンとアルベカシンの分離度は 5 以上であり，アルベカシンとジベカシンの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジベカシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 類縁物質　本品 20 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルベカシン及びジベカシンのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルベカシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，反応コイル温度，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応液流量は純度試験（3）の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アルベカシンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ジベカシン 10 mg ずつを水 200 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルベカシン，ジベカシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アルベカシンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液　アルベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

アルベカシン硫酸塩注射液

Arbekacin Sulfate Injection

硫酸アルベカシン注射液

本品は，水溶性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するアルベカシン（$C_{22}H_{44}N_6O_{10}$：552.62）を含む．

製 法 本品は「アルベカシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品 0.2 mL に水 1 mL を加えて試料溶液とする．アルベカシン硫酸塩標準品 10 mg を水 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/メタノール/クロロホルム/エタノール（95）混液（7：6：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，80 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

浸透圧比〈2.47〉 0.8 ～ 1.2（筋肉内に投与する注射液）．

pH〈2.54〉 6.0 ～ 8.0

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mg（力価）未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無 菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌，培地及び標準溶液は「アルベカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

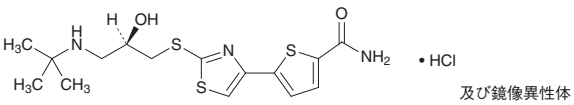
（ii） 試料溶液　表示量に従い「アルベカシン硫酸塩」約 20 mg（力価）に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 密封容器．

アロチノロール塩酸塩

Arotinolol Hydrochloride

塩酸アロチノロール



$C_{15}H_{21}N_3O_2S_3$・HCl：408.00

5-{2-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-2-hydroxypropylsulfanyl]-1,3-thiazol-4-yl}thiophene-2-carboxamide monohydrochloride ［*68377-91-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アロチノロール塩酸塩（$C_{15}H_{21}N_3O_2S_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノール又は水に溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 125）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 75000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジクロロメタン 50 mL ずつで 3 回抽出する．ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する．全ジクロロメタン抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物を酢酸（100）70 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.40 mg $C_{15}H_{21}N_3O_2S_3$・HCl

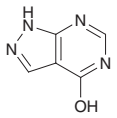
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アロプリノール

Allopurinol



$C_5H_4N_4O$：136.11

1*H*−Pyrazolo[3,4−*d*]pyrimidin−4−ol ［*315−30−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アロプリノール（$C_5H_4N_4O$）98.0 % 以上を含む．

性　状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

融点：320 ℃ 以上（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 5 mL にアンモニア試液 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 5 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 0.5 mL を加えるとき，青色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液 D より濃くない．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.05 g をアンモニア試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア試液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液飽和 1−ブタノールを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶

液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

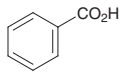
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.16 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 70 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 70 mL に水 12 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 13.61 mg $C_5H_4N_4O$

貯 法 容 器 気密容器．

安息香酸

Benzoic Acid



$C_7H_6O_2$：122.12

Benzoic acid ［*65−85−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，安息香酸（$C_7H_6O_2$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかにベンズアルデヒドようのにおいがある．

本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験 本品 1 g を水酸化ナトリウム試液 8 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とした液は安息香酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 121 ～ 124 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL，アセトン 25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） 塩素化合物 本品 0.5 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次にこれを約 600 ℃ で強熱した後，希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 0.5 mL を加える．

（3） 過マンガン酸カリウム還元性物質 水 100 mL に硫酸 1.5 mL を加え，煮沸しながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液を液の紅色が 30 秒間持続するまで滴加し，熱時この液に本品 1.0 g を溶かし，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の紅色は 15 秒以内に消えない．

（4） フタル酸 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，120 ～ 125 ℃ の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に 90 分間加熱する．冷後，水 5 mL を加えて溶かす．この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（43 → 500）10 mL を加えて振り混ぜた後，470 ～ 490 nm の光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム 61 mg を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 Q より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05 % 以下（1 g）．

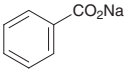
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 25 mL 及び水 25 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 12.21 mg $C_7H_6O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

安息香酸ナトリウム

Sodium Benzoate



$C_7H_5NaO_2$：144.10

Monosodium benzoate ［*532−32−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，安息香酸ナトリウム（$C_7H_5NaO_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粒，結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，甘味及び塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）は安息香酸塩の定性反応〈*1.09*〉並びにナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき，液は無色である．この液に更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を追加するとき，液は赤色に変わる．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g を水 40 mL に溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸 3.5 mL を徐々に加え，5 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液

20 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.120 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸 6 mL を徐々に加えた後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を水酸化カルシウム 0.40 g とよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸 10 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 塩素化合物 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，希硫酸 10 mL を加えた後，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．得られた残留物 0.5 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次にこれを約 600 ℃ で強熱した後，希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 0.5 mL を加える．

（7） フタル酸 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，120 ～ 125 ℃ の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に 90 分間加熱する．冷後，水 5 mL を加えて溶かす．この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（43 → 500）10 mL を加えて振り混ぜた後，470 ～ 490 nm の光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム 61 mg を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉 1.5 % 以下（2 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，300 mL の共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，ジエチルエーテル 75 mL 及びブロモフェノールブルー試液 10 滴を加え，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する．滴定は水層とエーテル層とをよく振り混ぜながら行い，終点は水層が持続する淡緑色を呈するときとする．

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 72.05 mg $C_7H_5NaO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

安息香酸ナトリウムカフェイン

Caffeine and Sodium Benzoate

アンナカ

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19）48.0 ～ 50.0 % 及び安息香酸ナトリウム（$C_7H_5NaO_2$：144.10）50.0 ～ 52.0 % を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）又は無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 g を分液漏斗に入れ，水 10 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまで，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を注意しながら滴加し，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回よく振り混ぜて抽出し，水層と分離する〔水層は（2）に用いる〕．クロロホルム抽出液を合わせてろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．この残留物につき，次の試験を行う．

（i） 残留物の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける．

（ii） 残留物 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える．

（iii） 残留物 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする．この液 5 mL に薄めた酢酸（31）（3 → 100）3 mL 及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液（1 → 5）2 mL を加え，1 分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈する．

（2） （1）の水層 5 mL に水 5 mL を加えた液は安息香酸塩の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品を加熱するとき，白煙を発する．更に強熱し，この残留物に塩酸を加えるとき，泡立つ．また，この液はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） アルカリ 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液にフェノールフタレイン試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，赤色を呈しない．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，エタノール（95）30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL にエタノール（95）30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.050 % 以下）．

（4） 塩素化合物 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし，希硫酸 10 mL を加えた後，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，室温で蒸発乾固する．残留物及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぼにと

り，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次に約 600 ℃に強熱した後，希硝酸 20 mL を加えて溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は，次の比較液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を水 47 mL に溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸 3 mL を徐々に加えた後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） フタル酸　本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，120 ～ 125 ℃ の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に 90 分間加熱する．冷後，水 5 mL を加えて溶かす．この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（43 → 500）10 mL を加えて振り混ぜた後，470 ～ 490 nm の光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム 61 mg を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

（8） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（2 g，80 ℃，4 時間）．

定 量 法

（1） 安息香酸ナトリウム　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第一当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液 1 mL
= 14.41 mg $C_7H_5NaO_2$

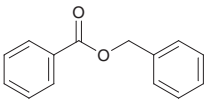
（2） カフェイン （1）の操作にひき続き，第一当量点から第二当量点まで 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液 1 mL
= 19.42 mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯　法　容　　器　密閉容器．

安息香酸ベンジル

Benzyl Benzoate



$C_{14}H_{12}O_2$：212.24

Benzyl benzoate ［*120−51−4*］

本品は定量するとき，安息香酸ベンジル（$C_{14}H_{12}O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，わずかに芳香があり，刺激性でやくような味がある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

凝固点：約 17 ℃

比重　d_{20}^{20}：約 1.123

沸点：約 323 ℃

確認試験

（1） 本品 1 mL に炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び過マンガン酸カリウム試液 2 mL を加え，穏やかに加熱するとき，ベンズアルデヒドのにおいを発する．

（2） 定量法で滴定の終わった液を水浴上で加温してエタノールを蒸発し，塩化鉄（Ⅲ）試液 0.5 mL を加えるとき，淡黄赤色の沈殿を生じ，この沈殿は希塩酸を加えるとき，白色に変わる．

屈 折 率〈*2.45*〉 n_D^{20}：1.568 ～ 1.570

純度試験　酸　本品 5.0 mL を中和エタノール 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて 1 時間穏やかに煮沸し，冷後，過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 106.1 mg $C_{14}H_{12}O_2$

貯　法

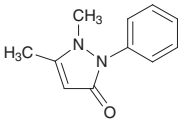
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アンチピリン

Antipyrine

フェナゾン



$C_{11}H_{12}N_2O$：188.23

1,5-Dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3*H*-pyrazol-3-one

［*60-80-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アンチピリン（$C_{11}H_{12}N_2O$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴及び希硫酸 1 mL を加えるとき，液は濃緑色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 4 滴を加えるとき，液は黄赤色を呈し，次に希硫酸 10 滴を加えるとき，淡黄色に変わる．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にタンニン酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（4）　本品 0.1 g にバニリン 0.1 g，水 5 mL 及び硫酸 2 mL を加えて煮沸し，冷却するとき，黄赤色の沈殿を生じる．

融　点〈*2.60*〉　111 ～ 113 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は無色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸ナトリウム試液 20 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え，時々振り混ぜ，20 分間放置した後，クロロホルム 10 mL を加えて沈殿を溶かし，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 9.411 mg $C_{11}H_{12}N_2O$

貯　法　容　器　密閉容器．

歯科用アンチホルミン

Dental Antiformin

歯科用次亜塩素酸ナトリウム液

本品は定量するとき，次亜塩素酸ナトリウム（NaClO：74.44）3.0 ～ 6.0 w/v% を含む．

性　状　本品は微淡黄緑色澄明の液で，わずかに塩素のにおいがある．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品は赤色リトマス紙を青変した後，これを脱色する．

（2）　本品に希塩酸を加えるとき，塩素のにおいを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 3 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 50 mL，ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸（31）10 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 3.722 mg NaClO

貯　法

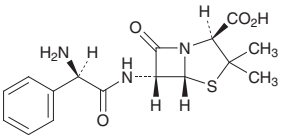
保存条件　遮光して，10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

無水アンピシリン

Anhydrous Ampicillin

無水アミノベンジルペニシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid ［*69-53-4*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1005 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

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

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+280 ～ +305°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は

4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.05 g を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

水 分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（2.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びアンピシリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えて溶かした後，それぞれに移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94 g を水 850 mL に溶かし，アセトニトリル 100 mL を加え，リン酸を加えて pH を 5.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 40 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

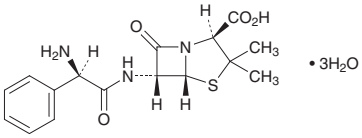
貯 法 容 器 気密容器．

アンピシリン水和物

Ampicillin Hydrate

アミノベンジルペニシリン

アンピシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S \cdot 3H_2O$：403.45

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate ［*7177-48-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1005 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアンピシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+280 ～ +305°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 400 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれ

の液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピークの面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

(4) *N*,*N*-ジメチルアニリン　本品約 1 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，内標準溶液 1 mL を正確に加え，1 分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液を試料溶液とする．別に *N*,*N*-ジメチルアニリン約 50 mg を精密に量り，塩酸 2 mL 及び水 20 mL に溶かし，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び内標準溶液 1 mL を正確に加え，1 分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *N*,*N*-ジメチルアニリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定し，次式により *N*,*N*-ジメチルアニリンの量を求めるとき，20 ppm 以下である．

N,*N*-ジメチルアニリンの量 (ppm)
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 400$

W_S：*N*,*N*-ジメチルアニリンの秤取量 (g)
W_T：本品の秤取量 (g)

内標準溶液　ナフタレンのシクロヘキサン溶液 (1 → 20000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2.6 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル−50 % メチルポリシロキサンを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：*N*,*N*-ジメチルアニリンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び内標準溶液 1 mL を正確に加え，1 分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質のピーク面積に対する *N*,*N*-ジメチルアニリンのピーク面積の比は，標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する *N*,*N*-ジメチルアニリンのピーク面積の比の 15 ～ 25 % である．

システムの性能：*N*,*N*-ジメチルアニリン 50 mg をとり，シクロヘキサンに溶かして 50 mL とする．この液 1 mL に内標準溶液を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*-ジメチルアニリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *N*,*N*-ジメチルアニリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分 〈2.48〉 12.0 ～ 15.0 % (0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定 量 法　本品及びアンピシリン標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り，それぞれを適量の移動相に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，それぞれに移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アンピシリン ($C_{16}H_{19}N_3O_4S$) の量 [μg(力価)]
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液　グアイフェネシンの移動相溶液 (1 → 200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94 g を水 850 mL に溶かし，アセトニトリル 100 mL を加え，リン酸で pH を 5.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 40 以上である．

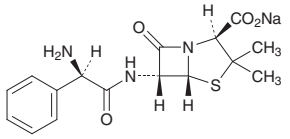
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

アンピシリンナトリウム

Ampicillin Sodium

アミノベンジルペニシリンナトリウム



$C_{16}H_{18}N_3NaO_4S$：371.39

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate ［*69-52-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 850 ～ 950 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品をデシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃）で 3 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+246 ～ +272°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 8.0 ～ 10.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94 g を水 850 mL に溶かし，アセトニトリル 100 mL を加え，リン酸で pH を 5.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：アンピシリン標準品 50 mg を量り，適量の移動相に溶かし，グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）5 mL を加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，グアイフェネシンの順に溶出し，その分離度は 35 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グアイフェネシンのピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　2.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii）　標準溶液　アンピシリン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 5 μg（力価）及び 1.25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

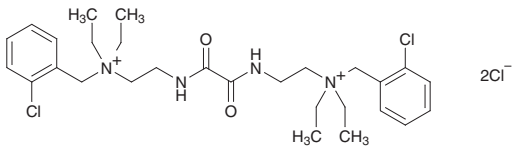
（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 5 μg（力価）及び 1.25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

アンベノニウム塩化物

Ambenonium Chloride

塩化アンベノニウム



$C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$：608.47

2,2′-[(1,2-Dioxoethane-1,2-diyl)diimino]bis[*N*-(2-chlorobenzyl)-*N*,*N*-diethylethylaminium] dichloride

[*115-79-7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アンベノニウム塩化物（$C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

融点：約 205 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/ギ酸/水混液（12：6：5）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　11.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.42 mg $C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$

貯 法 容 器　気密容器．

アンモニア水

Ammonia Water

本品は定量するとき，アンモニア（NH_3：17.03）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

性　状　本品は無色澄明の液で，特異な強い刺激性のにおいがある．

本品はアルカリ性である．

比重　d_{20}^{20}：0.95 ～ 0.96

確認試験

（1）　本品の液面に，塩酸で潤したガラス棒を近づけるとき，濃い白煙を生じる．

（2）　本品の液面に，潤した赤色リトマス紙を近づけるとき，青変する．

純度試験

（1）　蒸発残留物　本品 10.0 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 mL を水浴上で蒸発乾固し，希塩酸 1 mL を加え，更に蒸発乾固し，希酢酸 2 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）．

（3）　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品 10.0 mL に冷却しながら希硫酸 40 mL を加え，更に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 10 分以内に消えない．

定 量 法　本品 5 mL を正確に量り，水 25 mL に加え，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 17.03 mg NH_3

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

イオウ
Sulfur

S：32.07

本品を乾燥したものは定量するとき，イオウ（S）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は二硫化炭素に溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品は点火するとき，青色の炎をあげ，二酸化イオウの刺激性のにおいを発する．

（2）　本品 5 mg に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，冷後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（3）　本品 1 mg にピリジン 2 mL 及び炭酸水素ナトリウム試液 0.2 mL を加えて煮沸するとき，液は青色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）20 mL 及びエタノール（95）2 mL の混液を加え，煮沸して溶かすとき，液は澄明である．また，本品 2.0 g を二硫化炭素 10 mL に溶かすとき，ほとんど溶け，濁ることがあってもわずかである．

（2）　酸又はアルカリ　本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えて振り混ぜた後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.20 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水酸化カリウム・エタノール試液 20 mL 及び水 10 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，400 mL のビーカーに入れ，過酸化水素試液 50 mL を加え，水浴上で 1 時間加熱する．次に希塩酸を加えて酸性とし，水 200 mL を加え，沸騰するまで加熱し，熱塩化バリウム試液を滴加し，沈殿が生じなくなったとき，水浴上で 1 時間加熱する．沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，乾燥し，恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

イオウ（S）の量（mg）
＝ 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.13739

貯 法 容 器　密閉容器．

イオウ・カンフルローション
Sulfur and Camphor Lotion

製　法

イ オ ウ	60 g
d−又は *dl*−カンフル	5 g
ヒドロキシプロピルセルロース	4 g
水酸化カルシウム	1 g
エタノール	4 mL
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

「ヒドロキシプロピルセルロース」に「常水」又は「精製水」200 mL を加えて溶かし，これをあらかじめ「*d*−カンフル」又は「*dl*−カンフル」を「エタノール」に溶かした後，「イオウ」を加えて研和したものに少量ずつ加えて研和する．別に「水酸化カルシウム」に「常水」又は「精製水」500 mL を加え，密栓して振り混ぜた後，静置し，この上澄液 300 mL を前の混合物に加え，更に「常水」又は「精製水」を加えて全量を 1000 mL とし，振り混ぜて製する．

性　状　本品は淡黄色の懸濁液である．

本品は放置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験

（1）　本品をよく振り混ぜ，その 5 mL に水 25 mL を加え，遠心分離する〔上澄液は（3）の試験に用いる〕．沈殿 0.02 g にピリジン 2 mL，炭酸水素ナトリウム試液 0.2 mL を加え，煮沸するとき，液は青色を呈する（イオウ）．

（2）　本品をよく振り混ぜ，その 10 mL にジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．脱脂綿をジエチルエーテル少量で洗い，洗液はジエチルエーテル液に合わせ，水浴上で注意しながらジエチルエーテルを留去する．残留物をメタノール 1 mL に溶かし，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加え，水浴上で約 2 分間加熱する．冷後，水を加えて約 5 mL とし，放置した後，生成した沈殿をガラスろ過器（G4）でろ過する．ろ過器上の残留物を洗液が無色となるまで水洗し，エタノール（95）10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，2 分間放置するとき，液は赤色を呈する（*d*− 又は *dl*−カンフル）．

（3）　（1）で得た上澄液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2）及び（3）を呈する．

貯 法 容 器　気密容器．

イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏
Sulfur, Salicylic Acid and Thianthol Ointment

製　法

イ　オ　ウ	100　g
サリチル酸，細末	30　g
チアントール	100 mL
酸化亜鉛，微末	100　g
単軟膏又は適当な軟膏基剤	適　量
全　　量	1000　g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性　状　本品は淡黄色である．

確認試験

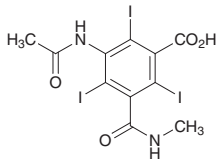
（1）　本品 0.5 g に水 10 mL を加え，加熱しながらよくかき混ぜ，冷後，ろ過する．ろ液 1 mL に硝酸鉄（Ⅲ）試液 5 mL を加えるとき，液は紫色を呈する（サリチル酸）．

（2）　本品 1 g にジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜる．上澄液及び浮遊物を除き，残留物をジエチルエーテル 10 mL で洗った後，ジエチルエーテルを吸引により除く．残留物にピリジン 2 mL 及び炭酸水素ナトリウム試液 0.2 mL を加えて煮沸するとき，液は淡青色～青色を呈する（イオウ）．

（3）　本品 1 g にエタノール（95）15 mL を加え，水浴上で加温しながらよくかき混ぜた後，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸及びチアントール 0.01 g ずつをそれぞれエタノール（95）5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯　法　容　　器　気密容器．

イオタラム酸
Iotalamic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91

3-Acetylamino-2, 4, 6-triiodo-5-(methylaminocarbonyl)benzoic acid　［*2276-90-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

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

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　芳香族第一アミン　本品 0.50 g をとり，水 15 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL を加え，直ちに 1 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて穏やかに振り混ぜる．正確に 2 分間放置した後，アミド硫酸アンモニウム試液 8 mL を加え，5 分間しばしば振り混ぜる．次に 1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）3 滴を加えて 1 分間放置し，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3.5 mL を加え，混和した後，直ちに水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により 20 分以内に試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.25 以下である．

（3）　可溶性ハロゲン化物　本品 0.5 g を薄めたアンモニア試液（1 → 40）20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置した後，ろ過し，ろ液をネスラー管にとる．残留物を水 20 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に薄めたアンモニア試液（1 → 40）20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（4）　ヨウ素　本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無

色である．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3.3 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 20.46 mg $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

イオタラム酸ナトリウム注射液

Sodium Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）を含む．

製 法

（1）

イオタラム酸	645 g
水酸化ナトリウム	42 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

（2）

イオタラム酸	772.5 g
水酸化ナトリウム	50.5 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上（1）又は（2）をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1 g に対応する容量をとり，水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「イオタラム酸」の確認試験（2）を準用する．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 6.5 ～ 7.7

純度試験

（1） 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20 g に対応する容量をとり，水 15 mL を加えて振り混ぜ，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL を加え，以下「イオタラム酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.17 以下である．

（2） ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5 g に対応する容量をとり，水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にトルエン 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は無色である．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.25 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 2.0 mL に水 20 mL を加え，更に希硫酸 5 mL，トルエン 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜる．

エンドトキシン〈4.01〉 3.4 EU/mL 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イオタラム酸を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，更に水を加え，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用イオタラム酸の秤取量（mg）

内標準溶液 L-トリプトファンの移動相溶液（3 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 3.9 g 及びトリエチルアミン 2.8 mL を水に混和し，2000 mL とする．この液にアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：イオタラム酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イオタラム酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標

準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イオタラム酸メグルミン注射液

Meglumine Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）を含む．

製　法

（1）

イオタラム酸	227.59 g
メグルミン	72.41 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

（2）

イオタラム酸	455 g
メグルミン	145 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上（1）又は（2）をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「イオタラム酸」1 g に対応する容量をとり，水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 4 時間乾燥する．このものにつき，「イオタラム酸」の確認試験（2）を準用する．

旋 光 度 〈*2.49*〉

製法（1）によるもの $[\alpha]_D^{20}$：－1.67 ～ －1.93°（100 mm）．

製法（2）によるもの $[\alpha]_D^{20}$：－3.35 ～ －3.86°（100 mm）．

pH 〈*2.54*〉　6.5 ～ 7.7

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20 g に対応する容量をとり，水 15 mL を加えて振り混ぜ，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL を加え，以下「イオタラム酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.17 以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5 g に対応する容量をとり，水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にトルエン 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は無色である．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.25 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 2.0 mL に水 20 mL を加え，更に希硫酸 5 mL，トルエン 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜる．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.90 EU/mL 未満．

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イオタラム酸を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，更に水を加え，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用イオタラム酸の秤取量（mg）

内標準溶液　L-トリプトファンの移動相溶液（3 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 3.9 g 及びトリエチルアミン 2.8 mL を水に溶かし，2000 mL とする．この液にアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：イオタラム酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イオタラム酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

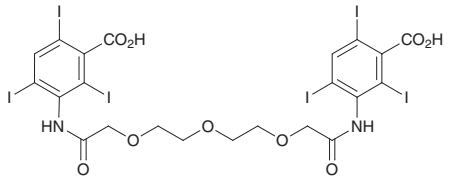
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イオトロクス酸

Iotroxic Acid



$C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$：1215.81

3,3′−(3,6,9−Trioxaundecanedioyl)diiminobis(2,4,6−triiodobenzoic acid)［*51022−74−3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イオトロクス酸（$C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2）　本品をメタノールに溶かした後，減圧下でメタノールを蒸発し，残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 5）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　芳香族第一アミン　本品 0.20 g をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，1−ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）0.4 mL，水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.22 以下である．

（3）　ヨウ素　本品 0.20 g を炭酸水素ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，トルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，トルエン層は無色である．

（4）　遊離ヨウ素イオン　本品約 5 g を精密に量り，メグルミン溶液（3 → 20）12 mL に溶かし，水を加えて 70 mL とし，酢酸（100）を加えて pH を約 4.5 に調整する．この液に 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 2 mL を加え，0.001 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.001 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 0.1269 mg I

脱水物に換算した本品に対するヨウ素イオンの量（%）を求めるとき，0.004 % 以下である．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱し，以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.15 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/アセトン/ギ酸混液（6：4：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 ～ 2.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 20.26 mg $C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$

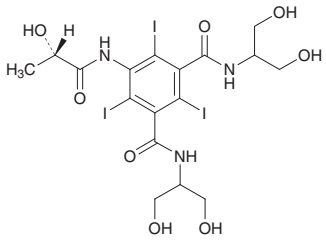
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イオパミドール

Iopamidol



$C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$：777.09

N,*N*′−Bis[2−hydroxy−1−(hydroxymethyl)ethyl]−5−[(2*S*)−2−hydroxypropanoylamino]−2,4,6−triiodoisophthalamide［*62883−00−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イオパミドール（$C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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

確認試験

（1）　本品 0.05 g に塩酸 5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱した液は，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_{436}^{20}$：−4.6 ～ −5.2°（乾燥後，4 g，水，加温，冷後，10 mL，100 mm）．

純度試験

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

（2） 芳香族第一アミン 本品 0.60 g をとり，水 8 mL に溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 50）1 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 10）1 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，ナフチルエチレンジアミン試液 1 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 495 nm における吸光度は 0.12 以下である（0.020 % 以下）．

（3） ヨウ素 本品 2.0 g を水 25 mL に溶かし，1 mol/L 硫酸 5 mL 及びトルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，トルエン層は無色である．

（4） 遊離ヨウ素イオン 本品約 5 g を精密に量り，水 70 mL に溶かし，希酢酸を加えて pH 約 4.5 に調整する．この液に 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 2 mL を加え，0.001 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．ヨウ素イオンの量（%）を求めるとき，0.001 % 以下である．

0.001 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 0.1269 mg I

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，硫酸少量を加えて潤し，徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化後，一たん放冷し，更に硫酸少量で潤して徐々に加熱し，白煙が生じなくなった後，450 ～ 550 ℃ で強熱し，灰化する．以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド 10 mg をとり，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイオパミドール以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液の *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液の *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水

移動相 B：水/メタノール混液（3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 6	92	8
6 ～ 18	92 → 65	8 → 35
18 ～ 30	65 → 8	35 → 92
30 ～ 34	8	92

流量：毎分 1.5 mL になるように調整する．

面積測定範囲：イオパミドールの保持時間の約 4.3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 1 mL 及び *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド 10 mg を水に溶かし，100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド，イオパミドールの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 25.90 mg $C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

イクタモール
Ichthammol

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アンモニア（NH_3：17.03）2.5 % 以上，硫酸アンモニウム〔$(NH_4)_2SO_4$：132.14〕8.0 % 以下及び総イオウ〔(S：32.07）として〕10.0 % 以上を含む．

性　状　本品は赤褐色～黒褐色の粘稠性のある液で，特異なにおいがある．

本品は水と混和する．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに一部溶ける．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 10）4 mL に塩酸 8 mL を加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する．氷冷して析出物を固まらせた後，傾斜して水層を除く．残留する析出物はジエチルエーテルで洗うとき一部溶けるが，洗液がほとんど着色しなくなるまで洗っても溶けない．この残留物につき，次の試験を行う．

（i）　残留物 0.1 g にエタノール（95)/ジエチルエーテル混液（1：1）1 mL を加えるとき溶ける．

（ii）　残留物 0.1 g に水 2 mL を加えるとき溶ける．この液 1 mL に塩酸 0.4 mL を加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する．

（iii）（ii）の水溶液 1 mL に塩化ナトリウム 0.3 g を加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

乾燥減量〈*2.41*〉　50 % 以下（0.5 g，105℃，6 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1）　アンモニア　本品約 5 g を精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，水 60 mL，1-オクタノール 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）4.5 mL を加え，しぶき止めの付いた蒸留管及び冷却器を付ける．受器には正確に 0.25 mol/L 硫酸 30 mL を加え，これに冷却器の下端を浸し，徐々に蒸留して留分約 50 mL をとり，過量の硫酸を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.25 mol/L 硫酸 1 mL = 8.515 mg NH_3

（2）　硫酸アンモニウム　本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）25 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，エタノール（95)/ジエチルエーテル混液（1：1）で洗い，洗液が無色澄明となったとき，残留物及びろ紙を空気中で乾燥する．残留物を塩酸でわずかに酸性とした温湯 200 mL に溶かし，ろ過し，ろ液を煮沸し，塩化バリウム試液 30 mL を徐々に加え，水浴上で 30 分間加熱してろ過する．沈殿を水で洗い，乾燥し，更に恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．

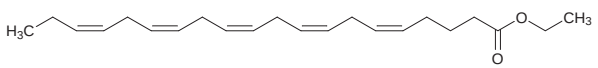
硫酸アンモニウム〔$(NH_4)_2SO_4$〕の量（mg）
= 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.5662

（3）　総イオウ　本品約 0.6 g を精密に量り，200 mL のケルダールフラスコに入れ，水 30 mL 及び塩素酸カリウム 5 g を加えた後，硝酸 30 mL を徐々に加え，液が 5 mL になるまで加熱し，塩酸 25 mL を用いて 300 mL のビーカーに洗い込み，加熱して 5 mL とする．これに水 100 mL を加え，煮沸してろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，煮沸し，塩化バリウム試液 30 mL を徐々に加え，水浴上で 30 分間加熱する．沈澱をろ取し，水で洗い，乾燥し，恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量とする．

総イオウ（S）の量（mg）
= 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.13739

貯　法　容　器　気密容器．

イコサペント酸エチル
Ethyl Icosapentate



$C_{22}H_{34}O_2$：330.50

Ethyl(5*Z*,8*Z*,11*Z*,14*Z*,17*Z*)-icosa-5,8,11,14,17-pentaenoate

［*86227-47-6*］

本品は定量するとき，イコサペント酸エチル（$C_{22}H_{34}O_2$）96.5 ～ 101.0 % を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

性　状　本品は無色～微黄色の澄明な液で，わずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（99.5），酢酸（100），ヘキサンと混和する．

本品は水又はエチレングリコールにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 20 mg に水酸化カリウムのエチレングリコール溶液（21 → 100）3 mL を加え，窒素を送入した後，密栓し，180 ℃ で 15 分間加熱する．冷後，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 4 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液につき，水酸化カリウムのエチレングリコール溶液（21 → 100）3 mL を同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸エチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸エチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.481 ～ 1.491

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.905 ～ 0.915

酸　価〈*1.13*〉　0.5 以下．

けん化価〈*1.13*〉　165 ～ 175

ヨウ素価〈*1.13*〉　365 ～ 395 ただし，本品 20 mg をとり，試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をエタノール（99.5）に混和し，希酢酸 2 mL 及びエタノール（99.5）を加えて 50 mL とする．これを検液として試験を行う．比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール（99.5）を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.40 g にヘキサンを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1.5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，イコサペント酸エチルに対する相対保持時間約 0.53 のピーク面積は 0.5 % 以下，イコサペント酸エチルに対する相対保持時間約 0.80 及び約 0.93 のピーク面積はそれぞれ 1.0 % 以下で，主ピーク及び上記以外のピークの面積はそれぞれ 1.0 % 以下である．また，主ピーク以外のピークの合計面積は 3.5 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイコサペント酸エチルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする．この液 1.5 μL から得たイコサペント酸エチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のイコサペント酸エチルのピーク面積の　7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液　1.5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イコサペント酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4）　過酸化物　本品約 1 g を精密に量り，200 mL の共栓付き三角フラスコにとり，酢酸（100）/クロロホルム混液（3：2）25 mL を加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に飽和ヨウ化カリウム試液 1 mL を加え，直ちに密栓し，ゆるく振り混ぜた後，暗所に 10 分間放置する．次に水 30 mL を加え，5 ～ 10 秒間激しく振り混ぜた後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はデンプン試液 1 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，2 meq/kg 以下である．

過酸化物の量（meq/kg）＝（V / W）× 10

V：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）

W：本品の秤取量（g）

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，ヘキサンを加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて試料溶液とする．別にイコサペント酸エチル標準品約 80 mg を精密に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イコサペント酸エチル（$C_{22}H_{34}O_{22}$）の量（mg）
＝ $W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5$

W_S：イコサペント酸エチル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ドコサン酸メチルのヘキサン溶液（1 → 125）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 4 mm，長さ 1.8 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 175 ～ 246 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 25 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：190 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：イコサペント酸エチルの保持時間が約 30 分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，イコサペント酸エチルの順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

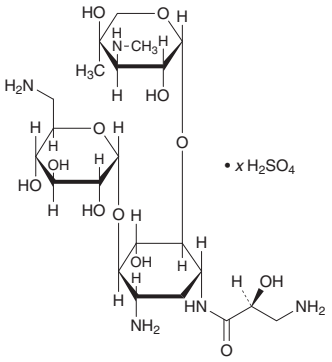
保存条件　全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　気密容器．

イセパマイシン硫酸塩

Isepamicin Sulfate

硫酸イセパマイシン



$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$・xH_2SO_4

6-Amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-1-*N*-[(2*S*)-3-amino-2-hydroxypropanoyl]-D-streptamine sulfate ［*67814-76-0*］

本品は，*Micromonospora purpurea* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物ゲンタマイシン B の誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 680 ～ 780 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，イセパマイシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$：569.60）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95) にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし，アントロン試液 3 mL を加え，振り混ぜて放置するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水 (28)/エタノール (99.5)/1-ブタノール/クロロホルム混液（5：5：4：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後，約 100 ℃ で約 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）　本品 0.01 g を水 1 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+100 ～ +120°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　定量法で得た試料溶液 5 μL につき，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，イセパマイシンに対する保持時間の比が約 0.4 のハパゲンタミン B は 5.0 % 以下であり，イセパマイシンに対する保持時間の比が約 1.3 のゲンタマイシン B は 3.0 % 以下である．ただし，ゲンタマイシン B のピーク面積は感度係数 1.11 を乗じて補正する．

試験条件

装置，検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応試液流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たイセパマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 5 μL から得たイセパマイシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

水　分〈*2.48*〉　12.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイセパマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

イセパマイシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の二つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光検出器（励起波長：360 nm，測定波長：440 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.25 mm，長さ 5 m の管

移動相：無水硫酸ナトリウム 28.41 g 及び 1–ペンタンスルホン酸ナトリウム 5.23 g を水約 900 mL に溶かし，酢酸（100）1 mL を加えた後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

反応試薬：*o*–フタルアルデヒド 0.4 g をエタノール（95）5 mL に溶かした液，2–メルカプトエタノール 1 mL 及びラウロマクロゴール溶液（1 → 4）2 mL を pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 500 mL に加える．

反応温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：毎分約 0.6 mL

反応試薬流量：毎分約 0.5 mL

システム適合性

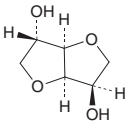
システムの性能：ゲンタマイシン B 2 mg を標準溶液 10 mL に溶かし，この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，イセパマイシン，ゲンタマイシン B の順に溶出し，その分離度は 1.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，イセパマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

イソソルビド

Isosorbide



$C_6H_{10}O_4$：146.14

1,4：3,6–Dianhydro–D–glucitol ［*652–67–5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イソソルビド（$C_6H_{10}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた硫酸（1 → 2）6 mL を加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液（1 → 30）1 mL を加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に 2,4–ジニトロフェニルヒドラジン試液 10 mL を加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（2） 本品 2 g にピリジン 30 mL 及び塩化ベンゾイル 4 mL を加え，還流冷却器を付け，50 分間煮沸した後，冷却し，この液を 100 mL の冷水中に徐々に流し込む．生じた沈殿をガラスろ過器（G3）を用いてろ取し，水で洗い，エタノール（95）から 2 回再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で，4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 102 ～ 103 ℃ である．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+45.0 ～ +46.0°（脱水物に換算したもの 5 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 25 g をネスラー管にとり，水に溶かして 50 mL とするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（95）/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにエタノール（95）/硫酸混液（9：1）を均等に噴霧し，150 ℃ で 30 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 1.5 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

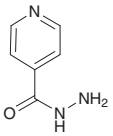
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品の換算した脱水物約 10 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

イソソルビド（$C_6H_{10}O_4$）の量（g）= α_D × 2.1978

貯 法 容 器 気密容器．

イソニアジド
Isoniazid



$C_6H_7N_3O$：137.14
Pyridine-4-carbohydrazide ［*54-85-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品約 20 mg を水に溶かし，200 mL とする．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.5 である．

融　点〈*2.60*〉　170 ～ 173 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（5 ppm 以下）．

（4）　ヒドラジン　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，サリチルアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 20）0.1 mL を加え，速やかに振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL 及び無水酢酸 10 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 13.71 mg $C_6H_7N_3O$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イソニアジド錠
Isoniazid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイソニアジド（$C_6H_7N_3O$：137.14）を含む．

製　法　本品は「イソニアジド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「イソニアジド」0.02 g に対応する量をとり，水 200 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 264 ～ 268 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 267 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 75 % 以上である．

イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (90 / C)$

W_S：定量用イソニアジドの秤取量（mg）
C　：1 錠中のイソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，水 150 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，水を加えて正確に 200 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイソニアジドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：定量用イソニアジドの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし，1000 mL とする．別にリン酸 5.76 g を水に溶かし 1000 mL とする．これらの液を混和して pH 2.5 に調整する．この液 400 mL にメタノール 600 mL を加え，更にトリデカンスルホン酸ナトリウム 2.86 g を加えて溶かす．

流量：イソニアジドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニアジド及びイソニコチン酸 5 mg ずつを移動相 100 mL に溶かした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸，イソニアジドの順で溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イソニアジドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イソニアジド注射液

Isoniazid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイソニアジド（$C_6H_7N_3O$：137.14）を含む．

製　法　本品は「イソニアジド」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：6.5 ～ 7.5

確認試験　本品の表示量に従い「イソニアジド」20 mg に対応する容量をとり，水を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 264 ～ 268 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のイソニアジド（$C_6H_7N_3O$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用イソニアジドの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし，1000 mL とする．別にリン酸 5.76 g を水に溶かし 1000 mL とする．これらの液を混和して pH 2.5 に調整する．この液 500 mL にメタノール 500 mL を加え，更にトリデカンスルホン酸ナトリウム 2.86 g を加えて溶かす．

流量：イソニアジドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニアジド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.3 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イソフェンインスリン水性懸濁注射液

Isophane Insulin Injection（Aqueous Suspension）

イソフェンインシュリン水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.01 ～ 0.04 mg を含む．

本品の製法において「塩化ナトリウム」を用いたときは，これを表示する．

製　法　本品は「インスリン」及び「プロタミン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「リン酸水素ナトリウム水和物」0.38 ～ 0.63 g，「濃グリセリン」

1.4 ～ 1.8 g,「クレゾール」0.15 ～ 0.17 g 及び「フェノール」0.06 ～ 0.07 g 又は「リン酸水素ナトリウム水和物」0.38 ～ 0.63 g,「塩化ナトリウム」0.42 ～ 0.45 g,「濃グリセリン」0.7 ～ 0.9 g 及び「クレゾール」0.18 ～ 0.22 g を含むように加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，沈殿物のほとんどが，長径 5 ～ 30 μm の小長方形の結晶で，無晶形物質又は大きい凝集物を認めない．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉　7.0 ～ 7.4

純度試験

（1）　たん白質　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.85 mg を超えない．

（2）　イソフェン状態

（i）　緩衝液 A　無水リン酸水素二ナトリウム 2.0 g，グリセリン 16 g，*m*-クレゾール 1.6 g 及びフェノール 0.65 g を水に溶かし，正確に 200 mL とする．

（ii）　緩衝液 B　無水リン酸水素二ナトリウム 2.0 g，塩化ナトリウム 4.35 g，グリセリン 8.0 g，及び *m*-クレゾール 2.0 g を水に溶かし，正確に 200 mL とする．

（iii）　インスリン溶液　インスリン標準品 1000 単位を正確に量り，薄めた塩酸（1 → 360）1.5 mL に溶かし，緩衝液 A 5.0 mL 及び水を加えて 20 mL とする．この液を希塩酸又は水酸化ナトリウム試液で pH 7.2 に調整する．この液は澄明である．次に水を加えて正確に 25 mL とする．この液は澄明で pH 7.1 ～ 7.4 である．ただし，「塩化ナトリウム」を用いたと表示してあるときは，緩衝液 A の代わりに緩衝液 B 5.0 mL を用いる．

（iv）　プロタミン溶液　プロタミン硫酸塩標準品 50 mg を正確に量り，緩衝液 A 2 mL 及び水を加えて溶かし 8 mL とする．この液を希塩酸又は水酸化ナトリウム試液で pH 7.2 に調整した後，水を加えて正確に 10 mL とする．この液は澄明で pH 7.1 ～ 7.4 である．ただし「塩化ナトリウム」を用いたと表示してあるときは，緩衝液 A の代わりに緩衝液 B 2 mL を用いる．

（v）　操作法　本品 1 mL 中に 40 単位を含むときは，本品を遠心分離し，上澄液 10 mL ずつを 2 個の試験管 A 及び B に正確に量り，A にはインスリン溶液 1 mL を正確に加え，B にはプロタミン溶液 1 mL を正確に加える．A 及び B をよく振り混ぜ，10 分間放置した後，光度計又は濁度計を用いて濁度を測定するとき，B の濁度は A の濁度より大きくない．ただし，本品 1 mL 中に 80 単位を含むときは，上澄液 5 mL ずつを正確に量って同様に操作する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い約 400 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，必要ならば，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

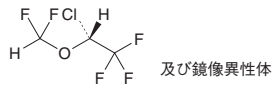
貯　法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

イソフルラン

Isoflurane



及び鏡像異性体

$C_3H_2ClF_5O$：184.49

(2*RS*)-2-Chloro-2-(difluoromethoxy)-1,1,1-trifluoroethane

[*26675-46-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イソフルラン（$C_3H_2ClF_5O$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色透明の流動性の液である．

本品はエタノール（99.5），メタノール又は *o*-キシレンと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は揮発性で引火性はない．

本品は旋光性を示さない．

屈折率　n_D^{20}：約 1.30

沸点：47 ～ 50 ℃

確認試験

（1） 本品 50 μL をとり，水 40 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイソフルラン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.500 ～ 1.520

純度試験

（1） 液性　本品 10 mL に新たに煮沸して冷却した水 5 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，分取した水層は中性である．

（2） 可溶性塩化物　本品 60 g をとり，水 40 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．その 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（3 ppm 以下）．

（3） 可溶性フッ化物　本品 6 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）12 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）層 4.0 mL をとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1∶1∶1）30 mL を加え，水を加えて 50 mL とした後 60 分間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準溶液 0.4 mL 及び薄めた 0.01 mol/L　水酸化ナトリウム試液（1 → 20）4.0 mL をとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1∶1∶1）30 mL を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）4.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（2 ppm 以下）．

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム 2.21 g を正確に量り，水を加えて溶かして正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はフッ素（F）0.01 mg を含む．

（4） 類縁物質　本品を試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，*o*–キシレンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*o*–キシレンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイソフルラン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のイソフルランのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のイソフルラン以外のピークの合計面積は，標準溶液のイソフルランのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イソフルランの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，*o*–キシレンを加えて正確に 2 mL とする．この液 5 μL から得たイソフルランのピーク面積が，標準溶液 5 μL から得たイソフルランのピーク面積の 35 ～ 65 % になることを確認する．

（5） 過酸化物　本品 10 mL をネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 10）1 mL を加えて激しく振り混ぜ，暗所に 1 時間放置するとき，水層は黄色を呈しない．

（6） 蒸発残留物　本品 65 mL を正確に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

水　分〈*2.48*〉　0.1 % 以下（2 g，電量滴定法）．

定 量 法　本品及びイソフルラン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準物質として酢酸エチル 3 mL を正確に加えた後，o–キシレンを加えて 50 mL とする．これらの液 5 mL ずつをとり，o–キシレンを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイソフルランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

本品 5 mL 中のイソフルラン（$C_3H_2ClF_5O$）の量（mg）

$= V_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000 \times 1.506$

V_S：脱水物に換算したイソフルラン標準品の秤取量（mL）

1.506：イソフルランの比重（d_{20}^{20}）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3.5 m のステンレス管に，125 ～ 149 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノールを 10 %，ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールを 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：イソフルランの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イソフルランのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

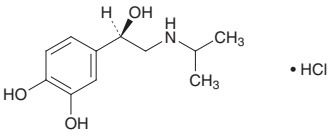
容　　器　気密容器．

l–イソプレナリン塩酸塩

l–Isoprenaline Hydrochloride

l–塩酸イソプレナリン

l–塩酸イソプロテレノール



$C_{11}H_{17}NO_3$・HCl：247.72

4–{(1*R*)–1–Hydroxy–2–[(1–methylethyl)amino]ethyl}benzene–1,2–diol monohydrochloride ［*51–30–9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*l*–イソプレナリン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100），無水酢酸，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を呈し，放置するとき，黄緑色を経て褐色に変わる．

（2）　本品 1 mg ずつを試験管 A 及び B にとり，それぞれを水 1 mL ずつに溶かし，A に pH 3.5 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL を，B に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加える．それぞれにヨウ素試液 1 mL ずつを加えて 5 分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液 2 mL ずつを加えるとき，A は赤色を呈し，B は濃赤色を呈する．

（3）　本品 0.01 g を水 1 mL に溶かし，リンタングステン酸試液 1 mL を加えるとき，淡褐色の沈殿を生じる．

（4）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−36 ～ −41°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.192 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　イソプロテレノン　本品 50 mg をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.040 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）/無水酢酸混液（3：2）100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 24.77 mg $C_{11}H_{17}NO_3$・HCl

貯　法

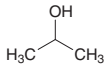
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イソプロパノール

Isopropanol

イソプロピルアルコール



C_3H_8O：60.10

Propan–2–ol ［*67–63–0*］

性　状　本品は無色澄明の液で，特異なにおいがある．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は燃えやすく，揮発性である．

確認試験

（1）　本品 1 mL にヨウ素試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品 5 mL に二クロム酸カリウム試液 20 mL 及び硫酸 5 mL を注意して加え，水浴中で穏やかに加熱するとき，アセトン臭を発し，発生するガスは，サリチルアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 10）及び水酸化ナトリウム溶液（3 → 10）で潤したろ紙を赤褐色に変える．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.785 ～ 0.788

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 mL に水 8 mL を加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．

（2）　酸　本品 15.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，これに

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3） 蒸発残留物 本品 20.0 mL を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

水 分〈*2.48*〉 0.75 w/v% 以下（2 mL，容量滴定法，直接滴定）．

蒸留試験〈*2.57*〉 81 ～ 83 ℃，94 vol% 以上．

貯 法

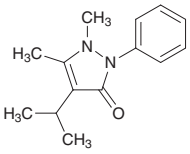
保存条件 火気を避けて保存する．

容 器 気密容器．

イソプロピルアンチピリン

Isopropylantipyrine

プロピフェナゾン



$C_{14}H_{18}N_2O$：230.31

1,5-Dimethyl-4-(1-methylethyl)-2-phenyl-1,2-dihydro-3*H*-pyrazol-3-one ［*479-92-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イソプロピルアンチピリン（$C_{14}H_{18}N_2O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤色を呈し，更にこの液に硫酸 3 滴を加えるとき，微黄色に変わる．

（2） ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加え，これに本品の水溶液（1 → 500）5 mL を加えるとき，液は徐々に暗緑色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

融 点〈*2.60*〉 103 ～ 105 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を希エタノール 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL，希エタノール 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.014 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g を希エタノール 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL，希エタノール 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL，アセトン 25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） アンチピリン 本品 1.0 g を希エタノール 10 mL に溶かし，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希硫酸 1 mL を加えるとき，液は緑色を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

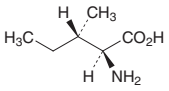
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）/無水酢酸混液（2：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.03 mg $C_{14}H_{18}N_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

L-イソロイシン

L-Isoleucine



$C_6H_{13}NO_2$：131.17

(2*S*,3*S*)-2-Amino-3-methylpentanoic acid ［*73-32-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-イソロイシン（$C_6H_{13}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

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

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+39.5 ～ +41.5°（乾燥後，1 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 %

以下).

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

(5) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下).

(6) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(7) 類縁物質 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3：1：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.13 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸 (100) 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

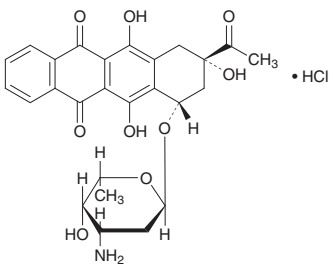
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.12 mg $C_6H_{13}NO_2$

貯 法 容 器 気密容器.

イダルビシン塩酸塩

Idarubicin Hydrochloride

塩酸イダルビシン



$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl：533.95

(2*S*, 4*S*)-2-Acetyl-4-(3-amino-2, 3, 6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2, 5, 12-trihydroxy-1, 2, 3, 4-tetrahydrotetracene-6, 11-dione monohydrochloride [*57852-57-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1030 μg (力価) を含む．ただし，本品の力価は，イダルビシン塩酸塩 ($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl) としての量を質量 (力価) で示す.

性 状 本品は黄赤色の粉末である.

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール (95) に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイダルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2) 本品及びイダルビシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとイダルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 本品 2 mg を水 3 mL に溶かし，希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき，液は白濁する.

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$ (482 nm)：204 ～ 210 (脱水物に換算したもの 20 mg，メタノール，1000 mL).

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+191 ～ +197° (脱水物に換算したもの 20 mg，メタノール，20 mL，100 mm).

pH〈2.54〉 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～6.5 である.

純度試験

(1) 溶状 別に規定する.

(2) 重金属 別に規定する.

(3) 類縁物質 別に規定する.

(4) 残留溶媒 別に規定する.

水 分〈2.48〉 5.0 % 以下 (0.1 g，電量滴定法).

強熱残分 別に規定する.

エンドトキシン〈4.01〉 8.9 EU/mg (力価) 未満.

定 量 法 本品及びイダルビシン塩酸塩標準品約 10 mg (力価) に対応する量を精密に量り，それぞれをラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のイダルビシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

イダルビシン塩酸塩 ($C_{26}H_{27}NO_9$・HCl) の量 [μg(力価)]
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 3.9 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 4 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 10.2 g に水を加えて溶

かし，リン酸 1 mL 及び水を加えて 750 mL とした液にテトラヒドロフラン 250 mL を加える．この液 500 mL にラウリル硫酸ナトリウム 0.72 g 及び *N*,*N*−ジメチル−*n*−オクチルアミン 0.5 mL を加えた後，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 4 に調整する．

流量：イダルビシンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，イダルビシンのピークの理論段数は，3000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イダルビシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

注射用イダルビシン塩酸塩

Idarubicin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸イダルビシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するイダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl：533.95）を含む．

製　法　本品は，「イダルビシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は黄赤色の塊である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」2 mg（力価）に対応する量をとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」1 mg（力価）に対応する量をとり，水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 250 ～ 254 nm，285 ～ 289 nm，480 ～ 484 nm 及び 510 ～ 520 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」5 mg（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」5 mg（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かすとき，液は黄赤色澄明である．

水　分〈*2.48*〉　本品 1 個の質量を精密に量り，次いでシリンジを用いて水分測定用メタノール 5 mL を加え，よく振り混ぜて内容物を溶かした後，その 4 mL を量り，容量滴定法の直接滴定により試験を行う．ただし，空試験には水分測定用メタノール 4 mL を用い，また，内容物の質量は，先のバイアル及びゴム栓を水，次いでエタノール（95）で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥後デシケーター中に移し室温になるまで放置した後，質量を精密に量り，先の本品の質量との差から求める（4.0 % 以下）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　8.9 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にイダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl）0.2 mg（力価）を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相を加えて正確に *V* mL とし，試料溶液とする．別にイダルビシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用する．

イダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」約 5 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にイダルビシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用する．

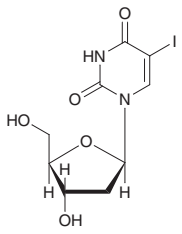
イダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

貯　法　容　　器　密封容器．

イドクスウリジン

Idoxuridine



$C_9H_{11}IN_2O_5$：354.10

5−Iodo−2′−deoxyuridine　［*54−42−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*–ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 176 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 5 mL を加え，加温して溶かした後，ジフェニルアミン・酢酸試液 5 mL を加えて 5 分間加熱するとき，液は青色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品 2 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイドクスウリジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+28 ～ +31°（乾燥後，0.2 g，水酸化ナトリウム試液，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.20 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 200）5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，希エタノール/アンモニア水（28）混液（99：1）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 50 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/薄めた 2–プロパノール（2 → 3）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更に展開の方法を直角に変え，同様に操作して二次展開を行い，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

（4） ヨウ素及びヨウ化物 本品 0.10 g に水 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かした後，直ちに氷冷しながら希硫酸 5 mL を加え，時々振り混ぜ 10 分間放置した後，ろ過する．ろ液をネスラー管に入れ，クロロホルム 10 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）3 滴を加え，30 秒間振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない

比較液：ヨウ化カリウム 0.111 g を正確に量り，水に溶かし，1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水 19 mL，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，振り混ぜた後にろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（2 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*–ジメチルホルムアミド試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 35.41 mg $C_9H_{11}IN_2O_5$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

イドクスウリジン点眼液

Idoxuridine Ophthalmic Solution

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するイドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$：354.10）を含む．

製法 本品は「イドクスウリジン」をとり，点眼剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5 mg に対応する容量をとり，ジフェニルアミン・酢酸試液 5 mL を加えて 20 分間加熱するとき，液は淡青色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5 mg に対応する容量を磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加え，徐々に加熱して蒸発乾固した後，残留物が灰化するまで強熱する．残留物を水 5 mL に溶かし，塩酸を加えて酸性とし，亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は黄褐色を呈し，これにデンプン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（3） 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」2 mg に対応する容量をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 281 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉 4.5 ～ 7.0

純度試験 5–ヨードウラシル及び 2′–デオキシウリジン 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」4.0 mg に対応する容量をとり，水を加えて正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用 5–ヨードウラシル 12.0 mg 及び液体クロマトグラフィー用 2′–デオキシウリジン 4.0 mg を とり，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の 5–ヨードウラシル及び 2′–デオキシウリジンのピーク面積を測定するとき，試料溶液の 5–ヨードウラシル及び 2′–デオキシウリジンのピーク面積はそれぞれ標準溶液の 5–ヨードウラシル及び 2′–デオキシウリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（24：1）
流量：2′−デオキシウリジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，2′−デオキシウリジン，5−ヨードウラシルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，2′−デオキシウリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法　本品のイドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$）約 3 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にイドクスウリジン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (3 / 10)$

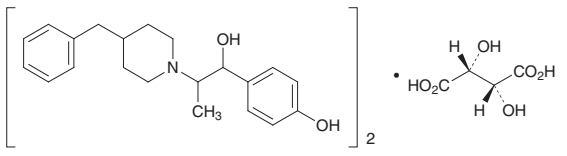
W_S：イドクスウリジン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　スルファチアゾールの移動相溶液（1 → 4000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/メタノール混液（87：13）
流量：イドクスウリジンの保持時間が約 9 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イドクスウリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して，凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

イフェンプロジル酒石酸塩

Ifenprodil Tartrate
酒石酸イフェンプロジル



$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$：800.98
(1*RS*,2*SR*)−4−[2−(4−Benzylpiperidin−1−yl)−1−hydroxypropyl]phenol hemi−(2*R*,3*R*)−tartrate
[*23210−58−4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イフェンプロジル酒石酸塩［$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$］98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

旋光度　〔α〕$_D^{20}$：+11 ～ +15°（脱水物に換算したもの 1 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

融点：約 148 ℃（分解）．

確認試験

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

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

（3）　本品 0.4 g に水 40 mL を加え，加温して溶かす．冷後，この液にアンモニア試液 0.5 mL を加え，クロロホルム 40 mL ずつで 2 回抽出し，水層を分取する．水層 30 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物を水 6 mL に溶かした液は，酒石酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.30 g を薄めたエタノール（3 → 4）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（3 → 4）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル/ヘキサン/1−ブタノール/アンモニア水（28）混液（140：40：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃く

ない．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 40.05 mg $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$

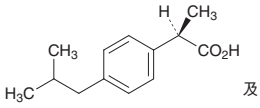
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

イブプロフェン

Ibuprofen



及び鏡像異性体

$C_{13}H_{18}O_2$：206.28

(2*RS*)−2−[4−(2−Methylpropyl)phenyl]propanoic acid

[*15687−27−1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イブプロフェン（$C_{13}H_{18}O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 15 mg を希水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　75 ～ 77 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 3.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.50 g をとり，アセトン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（Ⅴ），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 20.63 mg $C_{13}H_{18}O_2$

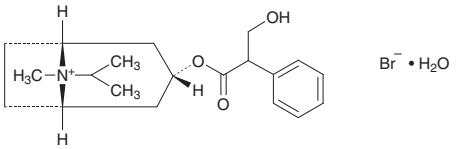
貯　法　容　　器　密閉容器．

イプラトロピウム臭化物水和物

Ipratropium Bromide Hydrate

イプラトロピウム臭化物

臭化イプラトロピウム



$C_{20}H_{30}BrNO_3 \cdot H_2O$：430.38

(1*R*,3*r*,5*S*)−3−[(2*RS*)−3−Hydroxy−2−phenylpropanoyloxy]−8−methyl−8−(1−methylethyl)−8−azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide monohydrate　[*66985−17−9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イプラトロピウム臭化物（$C_{20}H_{30}BrNO_3$：412.36）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，アセトニトリル又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

融点：約 223 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1）　本品 5 mg に発煙硝酸 0.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物をアセトン 5 mL に溶かし，水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同

一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）を用いる（1 ppm 以下）．

（5） 臭化イソプロピルアトロピン 本品 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 25 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．イプラトロピウムのピーク面積 A_a 及びイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 1.3 のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.01 以下である．また，溶媒のピークの後から保持時間約 14 分の間に，イプラトロピウムのピーク及びイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 1.3 のピーク以外にピークを認めない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 10 ～ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：薄めたリン酸（1 → 200）/アセトニトリル/メタンスルホン酸混液（1000：120：1）

流量：イプラトロピウムの保持時間が約 7 分になるように調整する．

カラムの選定：本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100）を 100 ℃ で 1 時間加熱する．冷後，この液 2.5 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，イプラトロピウムのピークとイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 0.6 のピークの分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：試料溶液 25 μL から得たイプラトロピウムのピークが，フルスケールの 50 ～ 80 % になるように調整する．

（6） アポ化合物 本品 0.14 g をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液につき紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．波長 246 nm 及び 263 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき，A_1/A_2 は 0.91 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.9 ～ 4.4 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，1,4-ジオキサン 40 mL 及び硝酸ビスマス試液 2.5 mL を加え 0.10 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

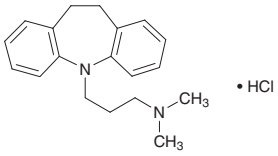
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.24 mg $C_{20}H_{30}BrNO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

イミプラミン塩酸塩

Imipramine Hydrochloride

塩酸イミプラミン



$C_{19}H_{24}N_2$・HCl：316.87

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride ［*113-52-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硝酸 2 mL に溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品 5 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 250 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミプラミン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 1 mL を加えて 5 分間放置した後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 170 ～ 174 ℃（分解）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL，硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.4 mL 及び薄めた塩酸（1 → 40）6.2 mL をそれぞれ正確に量り，混和する．この液 0.5 mL を正確に量り，水 9.5 mL を正確に加え，混和する．

（2） イミノジベンジル 本品 50 mg を 25 mL の褐色の

メスフラスコにとり，塩酸/エタノール（95）混液（1∶1）10 mL を加えて溶かし，氷水中で冷却しながら，フルフラールのエタノール（95）溶液（1 → 250）5 mL 及び塩酸 5 mL を加え，25 ℃ で 3 時間放置する．次に塩酸/エタノール（95）混液（1∶1）を加えて 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 565 nm における吸光度は 0.16 以下である．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/塩酸/水混液（11∶7∶1∶1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水 20 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する．クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：メタニルイエロー試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.69 mg $C_{19}H_{24}N_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

イミプラミン塩酸塩錠

Imipramine Hydrochloride Tablets

塩酸イミプラミン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するイミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl：316.87）を含む．

製 法 本品は「イミプラミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「イミプラミン塩酸塩」0.25 g に対応する量をとり，クロロホルム 25 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「イミプラミン塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の残留物から「イミプラミン塩酸塩」5 mg に対応する量をとり，これを 0.01 mol/L 塩酸試液 250 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm に吸収の極大を示し，270 ～ 280 nm に吸収の肩を示す．

（3） （1）の残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 170 ～ 174 ℃（分解）である．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にイミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）約 10 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 250 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

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

W_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のイミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 200 mL を正確に加え，錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．この液を遠心分離した後，イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）約 25 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれを pH 5.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 15 mL，ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 8 mL 及びクロロホルム 30 mL を入れた分液漏斗に加えて振り混ぜる．クロロホルム層は少量の脱脂綿を置いた漏斗を用いてろ過し，100 mL のメスフラスコに入れる．更にクロロホルム 30 mL ずつで 2 回同様の操作を繰り返し，クロロホルム層を先のメスフラスコに合わせ，クロロホルムを加えて 100 mL とする．これらの液につき，0.01 mol/L 塩酸試液 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 416 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）の量（mg）

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

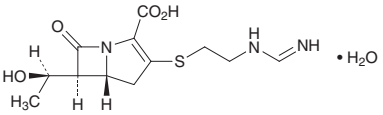
W_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器.

イミペネム水和物

Imipenem Hydrate

イミペネム



$C_{12}H_{17}N_3O_4S \cdot H_2O$：317.36

(5*R*,6*S*)−3−[2−(Formimidoylamino)ethylsulfanyl]−6−[(1*R*)−1−hydroxyethyl]−7−oxo−1−azabicyclo[3.2.0]hept−2−ene−2−carboxylic acid monohydrate ［*74431−23−5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$：299.35）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミペネム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋89 ～ ＋94°（脱水物に換算したもの 50 mg，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をるつぼにとり，硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が発生するまで，注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイミペネムに対する相対保持時間約 0.8 のチエナマイシンのピーク面積は標準溶液のイミペネムのピーク面積の 1.4 倍より大きくなく，試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のイミペネムのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イミペネムの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たイミペネムのピーク面積が，標準溶液のイミペネムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イミペネムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 ～ 8.0 %（20 mg，電量滴定法，水分気化温度 140 ℃）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びイミペネム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイミペネムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．ただし，試験は試料溶液及び標準溶液を調製した後，30 分以内に行う．

イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：イミペネム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液/アセトニトリル混液（100：1）

流量：イミペネムの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 50 mg 及びレソルシノール 75 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イミペネム，レソルシノールの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，イミペネムのピーク面積の相対標準偏差は 0.80 % 以下である．

貯　法　容　器　密封容器．

注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム

Imipenem and Cilastatin for Injection

本品は用時溶解又は懸濁して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 115.0 % に対応するイミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$：299.35）及びシラスタチン（$C_{16}H_{26}N_2O_5S$：358.45）として表示量の 93.0 ～ 115.0 % に対応するシラスタチンナトリウム（$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43）を含む．

製　法　本品は「イミペネム水和物」及び「シラスタチンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱するとき，液は紫色を呈する（シラスタチン）．

（2）　本品の水溶液（1 → 1000）2 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す（イミペネム）．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「イミペネム水和物」0.5 g（力価）に対応する量を生理食塩液 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．ただし，筋肉内に投与する注射剤の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「イミペネム水和物」0.5 g（力価）に対応する量を生理食塩液　100 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，減圧下，60 ℃，3 時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を T とする．

本品 1 個をとり，その内容物の全量を生理食塩液に溶かし，100 mL とする．表示量に従い「イミペネム水和物」約 25 mg（力価）に対応する容量 V mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$）の量［mg（力価）］

$= W_S \times (A_{TI} / A_{SI}) \times (100 / V)$

W_S：イミペネム標準品の秤取量［mg（力価）］

シラスタチン（$C_{16}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）

$= W_S \times (A_{TC} / A_{SC}) \times (100 / V) \times 0.955$

W_S：脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラスタチンアンモニウムの秤取量（mg）

不溶性異物〈*6.06*〉　用時溶解して用いる注射剤は，第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　用時溶解して用いる注射剤は，第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い，本品 1 個に対応する量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液のイミペネム約 25 mg（力価）に対応する量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にイミペネム標準品約 25 mg（力価）に対応する量及び定量用シラスタチンアンモニウム約 25 mg を精密に量り，生理食塩液 10 mL を加えて溶かし，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイミペネムのピーク面積 A_{TI} 及び A_{SI}，並びにシラスタチンのピーク面積 A_{TC} 及び A_{SC} を測定する．

イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$）の量［mg（力価）］

$= W_S \times (A_{TI} / A_{SI})$

W_S：イミペネム標準品の秤取量［mg（力価）］

シラスタチン（$C_{16}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）

$= W_S \times (A_{TC} / A_{SC}) \times 0.955$

W_S：脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラスタチンアンモニウムの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸 0.836 g，1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム 1.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 50 mg を水 800 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，pH 7.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

流量：イミペネムの保持時間が約 3 分になるように調

整する．

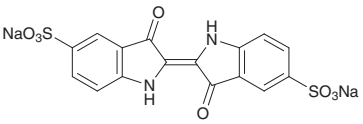
システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イミペネム，シラスタチンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上であり，イミペネム及びシラスタチンのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イミペネム及びシラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

インジゴカルミン
Indigocarmine



$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$：466.35

Disodium 3,3′-dioxo-[$\Delta^{2,2'}$-biindoline]-5,5′-disulfonate [*860-22-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，インジゴカルミン（$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$）95.0 % 以上を含む．

性 状 本品は青色～暗青色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は圧縮するとき，銅に似た色沢を呈する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）は暗青色を呈する．この液を試料溶液とし，次の試験を行うとき，それぞれの液の暗青色は消える．

（i） 試料溶液 2 mL に硝酸 1 mL を加える．

（ii） 試料溶液 2 mL に臭素試液 1 mL を加える．

（iii） 試料溶液 2 mL に塩素試液 1 mL を加える．

（iv） 試料溶液 2 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び亜鉛粉末 0.2 g を加えて加温する．

（2） 本品 0.1 g を酢酸アンモニウム溶液（1 → 650）100 mL に溶かす．この液 1 mL に酢酸アンモニウム溶液（1 → 650）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 1 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 水不溶物 本品 1.00 g に水 200 mL を加えて振り混ぜ，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物を洗液が青色を呈しなくなるまで水で洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 5.0 mg 以下である．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.8 g をケルダールフラスコに入れ，硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，静かに加熱する．更に時々硝酸 2 ～ 3 mL ずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～ 3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とし，この液 5 mL を検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 28 ～ 38 %（乾燥後，1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g 及び水 200 mL を加えて溶かし，二酸化炭素を通じながら煮沸し，熱時 0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の青色が黄色～だいだい色に変わるときとする．

0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 1 mL
= 23.32 mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

インジゴカルミン注射液
Indigocarmine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するインジゴカルミン（$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$：466.35）を含む．

製 法 本品は「インジゴカルミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は暗青色の液である．

pH：3.0 ～ 5.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02 g に対応する容量をとり，硝酸 1 mL を加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる．

（2） 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02 g に対応する容量をとり，臭素試液 1 mL を加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる．

（3） 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02 g に対応する容量をとり，塩素試液 1 mL を加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる．

（4） 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.01 g に対応する容量をとり，酢酸アンモニウム溶液（1 → 650）を加えて 1000 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 610 ～ 614 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のインジゴカルミン（$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，酒石酸水素ナトリウム一水和物 6 g 及び水を加えて溶かし 200 mL とし，二酸化

炭素を通じながら煮沸し，以下「インジゴカルミン」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 1 mL
= 23.32 mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

インスリン
Insulin
インシュリン

本品は健康なウシ又はブタの膵臓から得たもので，血糖を降下させる作用がある．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，1 mg 当たり 26 インスリン単位以上を含む．

本品は原料に用いた動物種名を表示する．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は薄めた塩酸（1 → 360）又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品 0.01 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて pH を 5.1 ～ 5.3 に調整するとき，沈殿を生じ，希塩酸を追加して pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶ける．

純度試験　溶状　本品 0.10 g を薄めた塩酸（1 → 360）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

亜鉛含量　本品約 10 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 50 mL とし，必要ならば，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.3 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求めるとき，換算した乾燥物に対し 0.27 ～ 1.08 % である．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（0.2 g，105 ℃，16 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　本品 0.02 ～ 0.04 g を質量既知の白金皿に精密に量り，硝酸 2 滴を加え，初め弱く，次に強く加熱して灰化する．更にマッフル炉に入れ，600 ℃ で 15 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，質量を量るとき，その残分は 2.5 % 以下である．

窒素含量　本品約 20 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，換算した乾燥物に対し，14.5 ～ 16.5 % である．

定 量 法

（ⅰ）試験動物　体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを用い，試験用 1 週間以上，実験室で適当な一定の飼料及び水を与えて飼育する．

（ⅱ）インスリン用溶媒　フェノール又は *m*-クレゾール 1.0 ～ 2.5 g を 0.01 mol/L 塩酸 500 mL に溶かし，グリセリン 14 ～ 18 g 及び 0.01 mol/L 塩酸を加えて 1000 mL とする．

（ⅲ）標準原液　インスリン標準品約 20 mg を精密に量り，インスリン用溶媒に溶かし，その 1 mL 中に正確に 20.0 単位を含むようにする．この液は 1 ～ 15 ℃ で保存し，調製後 6 箇月間以内に使用する．

（ⅳ）標準溶液　標準原液にインスリン用溶媒を加えて，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むように薄め，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（ⅴ）試料溶液　本品の表示単位に従い，約 20 mg を精密に量り，インスリン用溶媒に溶かし，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むように調製し，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用試料溶液 T_L とする．

（ⅵ）注射量　通例，0.3 ～ 0.5 mL で，予試験又は経験に基づいて定めるが，その注射量は 1 試験を通じてすべて等容量とする．

（ⅶ）操作法　試験動物のなかから体重差が少なくなるように選び，それらを 4 群に分け，各群は 6 匹以上で同数とする．各試験動物は注射前 14 時間以上飼料を与えないで試験中は最後の採血が終わるまで水をも与えない．また，試験中は試験動物に強い刺激を与えないように注意して取り扱う．

第 1 回注射は次に示すように標準溶液及び試料溶液を各試験動物に皮下注射する．

第 1 群	S_H	第 2 群	S_L
第 3 群	T_H	第 4 群	T_L

更に翌日か又は 1 週間以内に，次に示すように標準溶液及び試料溶液を用いて第 2 回注射を行う．

第 1 群	T_L	第 2 群	T_H
第 3 群	S_L	第 4 群	S_H

注射後 1 時間及び 2.5 時間に各試験動物の耳の周縁の静脈から試験を行うのに十分な量の血液をとり，（ⅷ）によってその血糖を定量する．

（ⅷ）血糖定量法　外径 18 mm，長さ 165 mm の試験管に硫酸亜鉛七水和物溶液（9 → 2000）5.0 mL をとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）1.0 mL を加えた液に血液 0.10 mL を血糖用ピペットを用いて静かに加える．ピペットの内壁に残留する血液は試験管内の上澄液を繰り返し吸い上げて試験管内に完全に洗い出す．試験管の内容物をよく振り混ぜてから水浴中で 3 分間加熱する．この液を，少量の脱脂綿を詰め温湯 3 mL ずつで 2 回洗った径 30 ～ 40 mm の漏斗を用い，内径 30 mm，長さ 90 mm の試験管にろ過し，先の試験管及び漏斗を水 3 mL ずつで 2 回洗い，洗液はろ液に合わせる．この液にアルカリ性ヘキサシアノ鉄

（Ⅲ）酸カリウム試液 2.0 mL を加え，水浴中で 15 分間加熱した後，直ちに冷却し，ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液 3.0 mL 及び薄めた酢酸（100）（3 → 100）2.0 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン・塩化ナトリウム試液 2 ～ 4 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）から次の表に従い血糖量（%）を求める．

血糖量（%）換算表

mL※	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0.0	0.385	0.382	0.379	0.376	0.373	0.370	0.367	0.364	0.361	0.358
0.1	0.355	0.352	0.350	0.348	0.345	0.343	0.341	0.338	0.336	0.333
0.2	0.331	0.329	0.327	0.325	0.323	0.321	0.318	0.316	0.314	0.312
0.3	0.310	0.308	0.306	0.304	0.302	0.300	0.298	0.296	0.294	0.292
0.4	0.290	0.288	0.286	0.284	0.282	0.280	0.278	0.276	0.274	0.272
0.5	0.270	0.268	0.266	0.264	0.262	0.260	0.259	0.257	0.255	0.253
0.6	0.251	0.249	0.247	0.245	0.243	0.241	0.240	0.238	0.236	0.234
0.7	0.232	0.230	0.228	0.226	0.224	0.222	0.221	0.219	0.217	0.215
0.8	0.213	0.211	0.209	0.208	0.206	0.204	0.202	0.200	0.199	0.197
0.9	0.195	0.193	0.191	0.190	0.188	0.186	0.184	0.182	0.181	0.179
1.0	0.177	0.175	0.173	0.172	0.170	0.168	0.166	0.164	0.163	0.161
1.1	0.159	0.157	0.155	0.154	0.152	0.150	0.148	0.146	0.145	0.143
1.2	0.141	0.139	0.138	0.136	0.134	0.132	0.131	0.129	0.127	0.125
1.3	0.124	0.122	0.120	0.119	0.117	0.115	0.113	0.111	0.110	0.108
1.4	0.106	0.104	0.102	0.101	0.099	0.097	0.095	0.093	0.092	0.090
1.5	0.088	0.086	0.084	0.083	0.081	0.079	0.077	0.075	0.074	0.072
1.6	0.070	0.068	0.066	0.065	0.063	0.061	0.059	0.057	0.056	0.054
1.7	0.052	0.050	0.048	0.047	0.045	0.043	0.041	0.039	0.038	0.036
1.8	0.034	0.032	0.031	0.029	0.027	0.025	0.024	0.022	0.020	0.019
1.9	0.017	0.015	0.014	0.012	0.010	0.008	0.007	0.005	0.003	0.002

※　0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量を示す．例えば 1.28 mL ならば上表によって血糖量は 0.127 % となる．

（ix）　計算法　各試験動物について注射後 2 回の血糖定量値を合計する．第 1 群及び第 3 群の各試験動物の第 1 回注射試験で得た血糖値と第 2 回注射試験で得た血糖値の差をそれぞれ y_1 及び y_3 とし，第 2 群及び第 4 群の試験動物の第 2 回注射試験で得た血糖値と第 1 回注射試験で得た血糖値の差をそれぞれ y_2 及び y_4 とする．y_1，y_2，y_3 及び y_4 各 6 個以上を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数
$= \text{antilog}\, M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times (b / a)$

$M = 0.301 \times (Y_a / Y_b)$

$Y_a = -Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4$

$Y_b = Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品の秤取量からこれをインスリン用溶媒で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.1212 以下である．もし，この値を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，あるいは実験条件を整備して試験を繰り返す．

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

$C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4 f s^2 t^2)$

f：各群の試験動物の数

$s^2 = \{\sum y^2 - (Y / f)\} / n$

$\sum y^2$：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

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

$n = 4(f - 1)$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法
保存条件　8 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

インスリン注射液

Insulin Injection
インシュリン注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 95 ～ 105 % を含む．

製　法　本品は「インスリン」を「注射用水」に懸濁し，「塩酸」を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．本品 100 mL につき，「フェノール」又は「クレゾール」0.10 ～ 0.25 g 及び「濃グリセリン」1.4 ～ 1.8 g を含むように加える．本品には塩化ナトリウムを加えない．

性　状　本品は無色～微黄色澄明である．

確認試験　本品に水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて pH を 5.1 ～ 5.3 に調整するとき，沈殿を生じ，希塩酸を追加して pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶ける．

pH〈2.54〉　2.5 ～ 3.5

強熱残分〈2.44〉　本品の表示単位に従い，500 ～ 1000 単位を含む容量を質量既知の白金皿に正確に量り，水浴上で徐々に蒸発乾固する．残留物に硝酸 2 滴を加え，初めは弱く，次

に強く加熱して灰化する．更にマッフル炉に入れ，600 ℃で 15 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，質量を量るとき，その残分は表示された 1000 単位につき，1 mg 以下である．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

窒素含量 窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定 量 法 「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v） 試料溶液 本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix） 計算法 計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）
b：本品の秤取量からこれをインスリン用溶媒で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）
b：本品の秤取量からこれをインスリン用溶媒で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

貯 法
保存条件 凍結を避け，冷所に保存する．
容 器 密封容器．

有効期限 製造後 24 箇月．

インスリン亜鉛水性懸濁注射液

Insulin Zinc Injection （Aqueous Suspension）
インシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.12 ～ 0.30 mg を含む．

製 法 本品は「インスリン」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「酢酸ナトリウム水和物」0.15 ～ 0.17 g，「塩化ナトリウム」0.65 ～ 0.75 g 及び「パラオキシ安息香酸メチル」0.09 ～ 0.11 g を含むように加える．

性 状 本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，液中の懸濁物の過半は結晶で，その大きさは 10 ～ 40 μm である．そのほかは無晶形で，大きさは 2 μm 以下である．

確認試験 本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉 7.1 ～ 7.5

純度試験 溶存するインスリン 本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求めるとき，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

窒素含量 窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定 量 法

（1） インスリン 本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v） 試料溶液 本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix） 計算法 計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2） 亜鉛 本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

（3） 結晶性インスリン　本品の表示単位に従い，約 600 単位を含む容量を正確に量り，遠心分離して上澄液を除き，残留物に水 5 mL を加えて懸濁し，酢酸ナトリウム・アセトン試液 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を除き，再び同様の操作を繰り返す．残留物を硫酸 15 mL でケルダールフラスコに洗い込み，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は全窒素量の 55 ～ 70 % である．ただし，全窒素量は試料の採取量のインスリン単位につき，窒素含量の数値から計算する．

貯　法
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液

Crystalline Insulin Zinc Injection （Aqueous Suspension）
結晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.12 ～ 0.30 mg を含む．

製　法　本品は「インスリン」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「酢酸ナトリウム水和物」0.15 ～ 0.17 g，「塩化ナトリウム」0.65 ～ 0.75 g 及び「パラオキシ安息香酸メチル」0.09 ～ 0.11 g を含むように加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，液中の懸濁物はほとんど結晶で，その大きさはほとんど 10 ～ 40 μm である．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉　7.1 ～ 7.5

純度試験　溶存するインスリン　本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求める時，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

窒素含量　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定 量 法

（1） インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v） 試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix） 計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2） 亜鉛　本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

（3） 結晶性インスリン　本品の表示単位に従い，約 400 単位を含む容量を正確に量り，遠心分離して上澄液を除き，残留物に水 5 mL を加えて懸濁し，酢酸ナトリウム・アセトン試液 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を除き，再び同様の操作を繰り返す．残留物を硫酸 15 mL でケルダールフラスコに洗い込み，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は全窒素量の 85 % 以上である．ただし，全窒素量は試料の採取量のインスリン単位につき，窒素含量の数値から計算する．

貯　法
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液

Amorphous Insulin Zinc Injection （Aqueous Suspension）
無晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.12 ～ 0.30 mg を含む．

製　法　本品は「インスリン」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．

本品 100 mL 中に「酢酸ナトリウム水和物」0.15 ～ 0.17 g，「塩化ナトリウム」0.65 ～ 0.75 g 及び「パラオキシ安息香酸メチル」0.09 ～ 0.11 g を含むように加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，液中の懸濁物はほとんど無晶で，一定の形状を示さない．また，その大きさはほとんど 2 μm 以下である．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH 〈*2.54*〉　7.1 ～ 7.5

純度試験　溶存するインスリン　本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求めるとき，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

窒素含量　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
　= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
　= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

（3）　結晶性インスリン　本品の表示単位に従い，約 1000 単位を含む容量を正確に量り，遠心分離して上澄液を除き，残留物に水 5 mL を加えて懸濁し，酢酸ナトリウム・アセトン試液 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を除き，再び同様の操作を繰り返す．残留物を硫酸 15 mL でケルダールフラスコに洗い込み，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は全窒素量の 10 % 以下である．ただし，全窒素量は試料の採取量のインスリン単位につき，窒素含量の数値から計算する．

貯　法

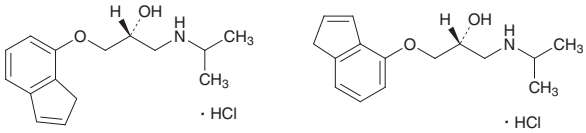
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

インデノロール塩酸塩

Indenolol Hydrochloride

塩酸インデノロール



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79

(2*RS*)-1-(3*H*-Inden-4-yloxy)-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

(2*RS*)-1-(3*H*-Inden-7-yloxy)-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

[*68906-88-7*]

本品は，(2*RS*)-1-(3*H*-インデン-4-イルオキシ)-3-(1-メチルエチル)アミノプロパン-2-オール一塩酸塩と (2*RS*)-1-(3*H*-インデン-7-イルオキシ)-3-(1-メチルエチル)アミノプロパン-2-オール一塩酸塩の混合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，インデノロール塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はクロロホルムにやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，酢酸エチルに極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に希塩酸 1 ～ 2 滴及び水 5 mL を加えて溶かし，ライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，赤紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（250 nm）：330 ～ 340（乾燥後，10 mg，水，1000 mL）．

融　点〈*2.60*〉　140 ～ 143 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（70：15：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 5 mg を酢酸エチル/ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸混液（9：1）1.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．保持時間 16 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$ は 0.6 ～ 0.7 である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 2 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：150 ～ 170 ℃ の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：インデノロール塩酸塩の 2 つのピークのうち，先に流出するピークの保持時間が約 16 分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，2 つのピークの分離度が 1.1 以上のものを用いる．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.38 mg $C_{15}H_{21}NO_2$・HCl

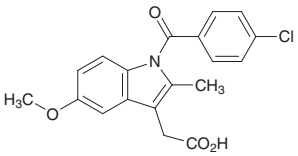
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

インドメタシン

Indometacin



$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79

[1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1*H*-indol-3-yl]acetic acid　[*53-86-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の微細な結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって着色する．

融点：155 ～ 162 ℃

確認試験

（1）　本品 2 mg をメタノール 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインドメタシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したインドメタシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれをジエチルエーテルから再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に無水ジエチルエーテル/酢酸（100）混液（100：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，メタノール 60 mL に溶かし，水 30 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 35.78 mg $C_{19}H_{16}ClNO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

インドメタシンカプセル

Indometacin Capsules

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するインドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79）を含む．

製　法　本品は「インドメタシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「インドメタシン」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をろ過する．ろ液を蒸発乾固し，冷後，メタノール 20 mL を加えて溶かす．その液 10 mL にメタノールを加えて 50 mL とする．この液 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 317 ～ 321 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「インドメタシン」0.10 g に対応する量をとり，メタノール 10 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．以下「インドメタシン」の純度試験（4）を準用する．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水/pH 7.2 のリン酸塩緩衝液混液（4：1）900 mL を用い，回転バスケット法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，水/pH 7.2 のリン酸塩緩衝液混液（4：1）に溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸

光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 320 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 75 % 以上である．

インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の表示量に対する溶出率(%)
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (90 / C)$

W_S：インドメタシン標準品の秤取量（mg）
C：1 カプセル中のインドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を注意して取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 40 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：インドメタシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（7：3）
流量：インドメタシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：4-クロロ安息香酸 50 mg，パラオキシ安息香酸ブチル 30 mg 及びインドメタシン 50 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 5 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-クロロ安息香酸，パラオキシ安息香酸ブチル，インドメタシンの順に溶出し，4-クロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は 2.0 以上，パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシンの分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

インドメタシン坐剤
Indometacin Suppositories

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するインドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79）を含む．

製 法 本品は「インドメタシン」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「インドメタシン」0.05 g に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過し，この液 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 317 ～ 321 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL を加え，40 ℃ に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とする．この液を 30 分間放置し，孔径 0.5 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：インドメタシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（7：3）
流量：インドメタシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：4-クロロ安息香酸 50 mg，パラオキシ安息香酸ブチル 30 mg 及びインドメタシン 50 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 5 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-クロロ安息香酸，パラオキシ安息香酸ブチル，インドメタシンの順に溶出し，4-クロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は 2.0 以上，パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシンの分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　密閉容器．

インフルエンザ HA ワクチン

Influenza HA Vaccine

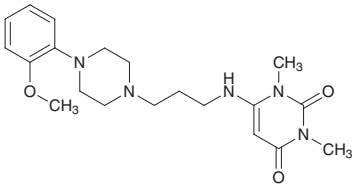
本品はインフルエンザウイルスのヘムアグルチニンを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のインフルエンザ HA ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は澄明又はわずかに白濁した液である．

ウラピジル

Urapidil



$C_{20}H_{29}N_5O_3$：387.48

6-{3-[4-(2-Methoxyphenyl)piperazin-1-yl]propylamino}-1,3-dimethyluracil

[*34661-75-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ウラピジル（$C_{20}H_{29}N_5O_3$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

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

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

融　点〈*2.60*〉　156 ～ 161 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 3.0 g をアセトン 40 mL 及び希硝酸 6 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にアセトン 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.003 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（22：13：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，1 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.92 mg　$C_{20}H_{29}N_5O_3$

貯 法 容　器　気密容器．

ウリナスタチン

Ulinastatin

本品はヒト尿から分離精製して得たトリプシン阻害活性を有する糖たん白質を含む液である．

本品は定量するとき，1 mL 中 45000 単位以上のウリナスタチンを含み，たん白質 1 mg 当たり 2500 単位以上を含む．

性　状　本品は淡褐色～褐色の澄明な液である．

確認試験

（1）　本品の適量に水を加え，1 mL 中に 4000 単位を含むように調製した液 1 mL に，フェノールの水溶液（1 → 20）1 mL を加え，更に注意しながら硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液はだいだい色～赤だいだい色を呈する．

（2）　本品の適量に水を加え，1 mL 中に 2000 単位を含むように調製した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長

のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の適量に pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，1 mL 中に 500 単位を含むように調製し，試料溶液とする．別に pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液をとり，対照液とする．試料溶液及び対照液それぞれ 0.1 mL をとり，これに pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液 1.6 mL を加え，更にウリナスタチン試験用トリプシン試液 0.2 mL を加えて振り混ぜた後，25 ℃ の水浴中で 1 分間放置する．この液に *N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液 1 mL を加えて振り混ぜ，更に 25 ℃ の水浴中で 2 分間放置するとき，試料溶液は無色，対照液は黄色を呈する．

（4） カンテン末 1.5 g に pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，直ちに水平な台の上に置いたガラスシャーレにカンテン層が約 2 mm の厚さになるように注ぐ．カンテン溶液が固まった後，6 mm の間隔で直径約 2.5 mm の穴を 2 個（穴 A，穴 B）あける．

本品の適量に pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液を加え，1 mL 中に 500 単位を含むように調製した液を穴 A に，抗ウリナスタチンウサギ血清を穴 B にそれぞれ 10 μL ずつ入れ，カンテン板が乾燥しないようふたをして室温で一夜放置するとき，一本の明瞭な沈降線を生じる．

pH 〈*2.54*〉 6.0 ～ 8.0

比 活 性 本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 2500 単位以上のウリナスタチンを含む．

（i） 試料溶液 本品の表示量に従い，本品のウリナスタチン約 10000 単位に相当する量を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．

（ii） 標準溶液 ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液に水を加え，1 mL 中にウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300，200，100 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（iii） 操作法 内径約 18 mm，長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 10 分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体 1 mL 中の含量を計算する．

純度試験

（1） 重金属 〈*1.07*〉 本品 10 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（1 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品の適量に水を加え，1 mL 中に 12500 単位を含むように調製し，試料原液とする．試料原液 0.25 mL を正確に量り，これにグリセリン 0.2 mL 及び 0.05 % ブロモフェノールブルー試液 0.05 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．別に，試料原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 0.25 mL を正確に量り，グリセリン 0.2 mL 及び 0.05 % ブロモフェノールブルー試液 0.05 mL を正確に加えて混和し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の方法により試験を行うとき，試料溶液から得た主泳動帯以外の泳動帯は標準溶液から得た泳動帯より濃くない．

（i） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 A 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 18.2 g を水 80 mL に溶かし，6 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.8 に調整し，水を加えて 100 mL とする．

（ii） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 B 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.0 g を水 80 mL に溶かし，6 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.8 に調整し，水を加えて 100 mL とする．

（iii） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 C 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 3.0 g 及びグリシン 14.4 g を水に溶かし，1000 mL とする．

（iv） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液 アクリルアミド 30 g 及び *N*,*N*′-メチレンビスアクリルアミド 0.8 g を水に溶かし，100 mL とする．

（v） 分離用ゲル ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 A 15 mL，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液 20 mL，水 24.5 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミン 0.022 mL，10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液 0.32 mL 及び 1 mol/L 亜硫酸ナトリウム試液 0.3 mL の割合の各液を加えて静かに振り混ぜ，ゲル作成用プレートに静かに注ぎ，その上に水を重層して 1 時間静置する．

（vi） 濃縮用ゲル 分離用ゲル上の水を除き，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 B 2.5 mL，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液 2.66 mL，水 14.6 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミン 0.01 mL，10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液 0.2 mL 及び 1 mol/L 亜硫酸ナトリウム試液 0.04 mL の割合の各液を加えて混合した液を，分離用ゲル上に加える．濃縮用ゲルの高さが約 15 mm になるようにプラスチックの溝枠を水平に取り付け，2 時間静置する．

（vii） 操作法 泳動 スラブゲル電気泳動装置に調製したゲルを取り付け，上下の電極槽にそれぞれ必要量のポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 C を入れる．マイクロシリンジを用いて標準溶液及び試料溶液 10 μL ずつを濃縮用ゲルの溝に静かに注ぎ，下側を陽極として，電気泳動を行う．ブロモフェノールブルーの帯が分離用ゲルの下端から約 10 mm の位置に達したとき，電気泳動を終了させる．

染色 クーマシーブリリアントブルー R-250 2.0 g をメタノール 400 mL 及び酢酸（100）100 mL に溶かし，更に水を加えて 1000 mL とし，染色液とする．ゲルを取り出し，40 ℃ に加温した染色液に 2 時間浸して染色する．

脱色 メタノール 100 mL，酢酸（100）75 mL に水を加えて 1000 mL とし，脱色液とする．染色液から取り出したゲルを，脱色液に浸して脱色する．

（3） カリジノゲナーゼ 本品の適量に水を加え，1 mL 中

に約 50000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．試験管に試料溶液 0.4 mL を正確に入れ，pH 8.2 のトリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2 ℃ の恒温槽に入れる．5 分後にカリジノゲナーゼ測定用基質試液（4）0.1 mL を正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2 ℃ の恒温槽に戻す．更に 30 分後，薄めた酢酸（100）(1 → 2) 0.1 mL を正確に加えて振り混ぜたものを酵素反応液とする．別の試験管に試料溶液 0.4 mL を正確に入れ，pH 8.2 のトリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2 ℃ の恒温槽に入れる．35 分後に薄めた酢酸（100）(1 → 2) 0.1 mL を正確に加えて振り混ぜた後，更にカリジノゲナーゼ測定用基質試液（4）0.1 mL を正確に加え振り混ぜたものをブランクとする．水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により酵素反応液及びブランクの波長 405 nm における吸光度を測定し，酵素反応液の吸光度とブランクの吸光度の差を求めるとき，0.050 以下である．

分子量試験　本品の適量に移動相を加え，1 mL 中に約 6500 単位を含むように調製し，試料溶液とする．別に，γ-グロブリン（分子量：160000），ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン（分子量：67000）及びミオグロビン（分子量：17000）をそれぞれ 1.0 mg ずつ量り，移動相約 1 mL に溶かし，分子量標準品溶液とする．試料溶液及び分子量標準品溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．各分子量標準品の保持時間から，縦軸を分子量の対数，横軸を保持時間（分）とする検量線を作成する．これに本品の保持時間をあてて分子量を求めるとき，分子量は 67000±5000 である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 7 mm，長さ約 60 cm のステンレス管に 10 ～ 12 μm の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 16.33 g 及びエチレングリコール 124.15 g を水に溶かし，1000 mL とする．必要ならば，リン酸を加えて pH を 4.0 に調整する．

流量：ウシ血清アルブミンの保持時間が約 36 分になるように調整する．

カラムの選定：分子量標準品溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，γ-グロブリン，ウシ血清アルブミン及びミオグロビンの順に溶出し，γ-グロブリンとウシ血清アルブミン，ウシ血清アルブミンとミオグロビンのそれぞれの分離度が 1.5 以上のものを用いる．

抗原性試験　本品の適量に生理食塩液を加え，1 mL 中に 15000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重 250 ～ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い，第 1 日目，第 3 日目及び第 5 日目に試料溶液 0.10 mL ずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する．第 15 日目に 2 匹，第 22 日目に残りの 2 匹に，試料溶液を注射したモルモットには試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットには馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する．

注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難，虚脱及び致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3 匹以上が死亡する．

毒性試験　体重 18 ～ 25 g の栄養状態のよい健康なマウス 5 匹を使用し，それぞれに本品 0.50 mL を尾静脈内に注射するとき，注射後 48 時間以内にいずれも死亡しない．注射後 48 時間以内に死亡したものがあるときは，更にいまだ試験に使用していない体重 19 ～ 21 g のマウス 5 匹につき，試験を繰り返す．48 時間以内にそのいずれもが生存する．

定 量 法　本品の適量を正確にとり，表示量に従い，1 mL 中に約 150 単位を含むように pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて調製し，試料溶液とする．ウリナスタチン標準品に pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，その 1 mL 中にウリナスタチンとして正確に 300，200，100，50 及び 0 単位を含むように調製し，それぞれ標準溶液とする．pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液及び *N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液は，25±1 ℃ の恒温槽であらかじめ温めておく．試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.1 mL ずつを正確にとり，それぞれに pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液 1.6 mL を正確に加えて振り混ぜ，25±1 ℃ の恒温槽に入れる．pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて 1 分後に，氷冷してあるウリナスタチン試験用トリプシン試液 0.2 mL を正確に加えて振り混ぜ，再び恒温槽に戻す．更に 1 分後，*N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液 1 mL を正確に加えて振り混ぜ，恒温槽に入れ反応させる．2 分後に酢酸（100）(1 → 2) 0.1 mL を正確に加えて反応を停止させ，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 405 nm における吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度をもとに作成した検量線に試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のウリナスタチンの単位を求める．

貯　法

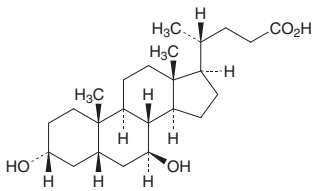
保存条件　−20 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ウルソデオキシコール酸

Ursodeoxycholic Acid

ウルソデスオキシコール酸



$C_{24}H_{40}O_4$：392.57

3α,7β-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid ［*128-13-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ウルソデオキシコール酸（$C_{24}H_{40}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95），エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験　本品 0.01 g に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし，5 分間放置する．この液に水 5 mL を加えるとき，青緑色の浮遊物を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+59.0 ～ +62.0°（乾燥後，1 g，エタノール（99.5），25 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　200 ～ 204 ℃

純度試験

（1）　**におい**　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸するとき，においを発しない．

（2）　**塩化物**〈*1.03*〉　本品 2.0 g に酢酸（100）20 mL を加え，振り混ぜて溶かし，水を加えて 200 mL とし，よく振り混ぜ，10 分間放置する．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液をとり，試料溶液とする．試料溶液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に酢酸（100）4 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）．

（3）　**硫酸塩**〈*1.14*〉　（2）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に酢酸（100）4 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4）　**重金属**〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）　**バリウム**　（1）の液に塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL になるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（6）　**ヒ素**〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　**類縁物質**　本品 50 mg をとり，クロロホルム/エタノール混液（9：1）に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸 75 mg をとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．更に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸 25 mg をとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とする．次に，この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更に 120 ℃ で 30 分間乾燥後，直ちにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を均等に噴霧し，120 ℃ で 2 ～ 3 分間加熱するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加えて溶かす．次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

貯法　容器　密閉容器．

ウロキナーゼ
Urokinase

［*9010-53-1*］

本品はヒト尿から得たもので，プラスミノーゲンを活性化する作用のある分子量約 54000 の酵素である．

本品は適当な緩衝液を溶媒とした液である．

本品は定量するとき，1 mL 中 60000 単位以上を含み，たん白質 1 mg 当たり 120000 単位以上を含む．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

確認試験

（1）　フィブリノーゲン 0.07 g を pH 7.4 のリン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす．この液に，トロンビンを生理食塩液に溶かして 1 mL 中に 10 単位を含むように調製した液 1 mL を加えて混和し，内径約 90 mm のシャーレに入れ，液が凝固するまで水平に静置する．この表面に，本品にゼラチン・トリス緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 単位を含むように調製した液 10 μL を滴加し，一夜静置するとき，溶解円を生じる．

（2）　カンテン末 1.0 g を pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL に加温して溶かし，シャーレに液の深さが約 2 mm になるように入れる．冷後，直径 2.5 mm の 2 個の穴を 6 mm の間隔でつくる．それぞれの穴に，本品に生理食塩液を加えて 1 mL 中に 30000 単位を含むように調製した液 10 μL 及び抗ウロキナーゼ血清 10 μL を別々に入れ，一夜静置するとき，明瞭な沈降線を生じる．

純度試験

（1）　**重金属**〈*1.07*〉　本品 2.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　**血液型物質**　本品に生理食塩液を加えて 1 mL 中に

12000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．抗 A 血液型判定用抗体に生理食塩液を加え，それぞれ 32 倍，64 倍，128 倍，256 倍，512 倍及び 1024 倍に薄め，V 字型 96 穴マイクロプレートの第 1 列及び第 2 列の 6 穴に，それぞれ 25 μL ずつを別々に入れる．次に第 1 列の 6 穴に試料溶液 25 μL ずつを加え，第 2 列の 6 穴に生理食塩液 25 μL ずつを加える．振り混ぜて 30 分間放置した後，更に各穴に A 型赤血球浮遊液 50 μL ずつを加えて振り混ぜ，2 時間静置する．両列の赤血球の凝集を比較するとき，凝集を示す穴の抗 A 抗体の希釈倍数は等しい．

抗 B 血液型判定用抗体及び B 型赤血球浮遊液を用いて同様の試験を行う．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1 mL 中に 12000 単位を含むように調整し，試料溶液とする．体重約 350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し，1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し，7 日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

高分子量ウロキナーゼ　本品にゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．試料溶液 100 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．保持時間 35 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち，保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を自動面積積分法により測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$ は 0.85 以上である．

操作条件

装置：移動相送液用ポンプ，試料導入部，カラム，反応試薬送液用ポンプ，反応コイル，反応槽，蛍光光度計及び記録装置を用い，カラムの移動相出口に 3 方管を付け，反応試薬送液用ポンプ及び反応コイルに連結し，反応コイル出口を蛍光光度計に連結する．

検出器：蛍光光度計（励起波長：365 nm，蛍光波長：460 nm）

カラム：内径約 7.5 mm，長さ約 60 cm のステンレス管に充てん剤として 10 ～ 12 μm の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.25 mm，長さ 150 cm のステンレス管

反応コイル温度：37 ℃

移動相：ゼラチン・リン酸塩緩衝液

移動相流量：毎分 0.5 mL

反応試薬：7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン試液

反応試薬流量：毎分 0.75 mL

カラムの選定：本品に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整した後，37 ℃ で 24 時間以上放置する．これにゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20000 単位を含むように調製する．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，分子量 54000 の高分子量ウロキナーゼ，分子量 33000 の低分子量ウロキナーゼの順に溶出し，その分離度が 1.0 以上のものを用いる．

定 量 法

（1）　ウロキナーゼ　本品 1 mL を正確に量り，ゼラチン・トリス緩衝液を加えて 1 mL 中に約 30 単位を含むように正確に薄め，試料溶液とする．高分子量ウロキナーゼ標準品 1 アンプルの全量にゼラチン・トリス緩衝液 2 mL を正確に加えて溶かし，その 1 mL を正確に量り，ゼラチン・トリス緩衝液を加えて 1 mL 中に約 30 単位を含むように正確に薄め，標準溶液とする．L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩試液 1.0 mL ずつを，内径約 10 mm のシリコンコート処理した試験管 2 本に入れ，35 ± 0.2 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，試料溶液及び標準溶液 0.50 mL を別々に加え，35 ± 0.2 ℃ で正確に 30 分加温し，薄めた酢酸（100）(2 → 5) 0.50 mL ずつを加える．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 405 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．別に L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩試液 1.0 mL ずつを試験管 2 本に入れ，薄めた酢酸（100）(2 → 5) 0.50 mL ずつを加えた後，試料溶液及び標準溶液 0.50 mL を別々に加える．これらの液につき，水を対照とし，同様に波長 405 nm における吸光度 A_{T0} 及び A_{S0} を測定する．

ウロキナーゼの量（単位）

$$= \{(A_T - A_{T0}) / (A_S - A_{S0})\} \times a \times b$$

a：標準溶液 1 mL 中のウロキナーゼの量（単位）

b：試料溶液を製したときの全容量（mL）

（2）　たん白質　本品のたん白質約 15 mg に相当する容量を正確に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754 mg たん白質

貯　法

保存条件　−20 ℃ 以下で保存する．

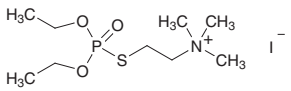
容　　器　気密容器．

エコチオパートヨウ化物

Ecothiopate Iodide

ヨウ化エコチオパート

ヨウ化エコチオフェイト



$C_9H_{23}INO_3PS$：383.23

2-(Diethoxyphosphorylsulfanyl)-*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium iodide ［*513-10-0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，エコチオパートヨウ化物（$C_9H_{23}INO_3PS$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし，硝酸 1 mL を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．また，この沈殿を含む混濁液 1 滴をとり，ヘキサン 1 mL を加えて振り混ぜるとき，ヘキサン層は淡赤色を呈する．

（2） （1）で得られた沈殿を含む混濁液を無色になるまで加熱し，冷後，水 10 mL を加え，試料溶液とする．試料溶液 2 mL はリン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（3） （2）で得られた試料溶液 2 mL は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉 116 ～ 122 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱する．これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて，液が無色となり，白煙が発生するまで加熱する．冷後，少量の水と共にネスラー管に移し，更に水を加えて約 20 mL とする．アンモニア水（28）及びアンモニア試液で pH を 3.0 ～ 3.5 に調整し，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），50 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品約 0.125 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，更に pH 12 のリン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加え，栓をして 25±3 ℃ に 20 分間放置する．この液に酢酸（100）2 mL をすばやく加えた後，0.002 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様な方法で pH 12 のリン酸塩緩衝液を加えずに試験を行い，補正する．

0.002 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.533 mg $C_9H_{23}INO_3PS$

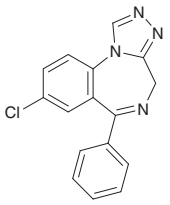
貯　法

保存条件　遮光して，0 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

エスタゾラム

Estazolam



$C_{16}H_{11}ClN_4$：294.74

8-Chloro-6-phenyl-4*H*-[1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]benzodiazepine　[*29975-16-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エスタゾラム（$C_{16}H_{11}ClN_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（2） 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉 229 ～ 233 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g にエタノール（95）10 mL を加え，加熱して溶かし，水 40 mL を加え，氷水中で振り混ぜながら冷却した後，常温になるまで放置し，ろ過する．ろ液 30 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL 及びエタノール（95）6 mL を加える（0.015 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム/メタノー

ル混液（5：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，無水酢酸 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

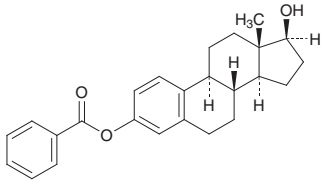
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.74 mg $C_{16}H_{11}ClN_4$

貯 法 容 器　密閉容器．

エストラジオール安息香酸エステル

Estradiol Benzoate

安息香酸エストラジオール



$C_{25}H_{28}O_3$：376.49

Estra-1,3,5(10)-triene-3,17β-diol 3-benzoate　［*50-50-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は帯黄緑色を呈し，青色の蛍光を発する．この液に注意して水 2 mL を追加するとき，うすいだいだい色に変わる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストラジオール安息香酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+54 ～ +58°（乾燥後，0.1 g，アセトン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　191 ～ 198 ℃

純度試験

（1）　3,17α-エストラジオール　本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品 5.0 mg ずつをとり，それぞれをアセトンに溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを共栓試験管に正確に量り，沸騰石を入れ，水浴中で加熱してアセトンを蒸発し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 1 時間乾燥する．それぞれに希鉄・フェノール試液 1.0 mL を加え，ゆるく栓をして水浴中で 30 秒間加熱した後，水浴中で数秒間振り動かし，更に 2 分間加熱する．次に 2 分間氷冷した後，薄めた硫酸（7 → 20）4.0 mL を加え，よく混和するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（2）　類縁物質　本品 40 mg をアセトン 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）の量（mg）
= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液（13 → 80000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（7：3）

流量：エストラジオール安息香酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エストラジオール安息香酸エステルの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

エストラジオール安息香酸エステル注射液

Estradiol Benzoate Injection
安息香酸エストラジオール注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$：376.49）を含む．

製　法　本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は澄明な油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エステル」1 mg に対応する容量をとり，クロロホルムを加えて 5 mL とし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品 1 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタンを展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更にクロロホルム/メタノール混液（99：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これらに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のエストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）約 10 mg に対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，薄めたメタノール（9 → 10）を飽和したヘキサン 30 mL を加え，ヘキサンを飽和した薄めたメタノール（9 → 10）15 mL ずつで 5 回抽出する．抽出液は薄めたメタノール（9 → 10）10 mL で洗ったろ紙を用いてろ過し，ろ液にメタノールを加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれ遮光した 20 mL のメスフラスコに入れ，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物をメタノール 1 mL に溶かし，更にホウ酸・メタノール緩衝液 10 mL を加えて振り混ぜた後，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸する．冷後，ホウ酸・メタノール緩衝液 5 mL を加え，振り混ぜた後，氷冷する．それぞれの液に氷冷したジアゾ試液 2 mL を速やかに加え，激しく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とし，振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液につき，メタノール 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．層長 4 cm のセルを用い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密封容器．

エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液

Estradiol Benzoate Injection（Aqueous Suspension）
安息香酸エストラジオール水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$：376.49）を含む．

製　法　本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり，注射液の製法により製する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，白濁する．

確認試験　本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エステル」1 mg に対応する容量をとり，クロロホルム 5 mL で抽出した液を試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品 1 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（99：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品をよく振り混ぜ，エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，メタノールを加えて結晶を溶かし，正確に 20 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．以下「エストラジオール安息香酸エステル」の定量法を準用する．

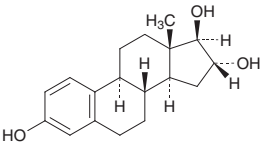
エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液（13 → 100000）

貯　法　容　　器　密封容器.

エストリオール
Estriol



$C_{18}H_{24}O_3$：288.38
Estra-1,3,5(10)-triene-3,16α,17β-triol ［*50-27-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）97.0 ～ 102.0 % を含む.

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又は 1,4-ジオキサンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品 0.01 g をエタノール（95）100 mL に加温して溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を水浴上で蒸発乾固し，これに *p*-フェノールスルホン酸ナトリウムのリン酸溶液（1 → 50）5 mL を加え，150 ℃ で 10 分間加熱し，冷却するとき，液は赤紫色を呈する.

（2）　（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエストリオール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストリオール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+54 ～ +62°（乾燥後，40 mg，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）.

融　点〈*2.60*〉　281 ～ 286 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（2）　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）10 mL に加温して溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/酢酸（100）混液（18：1：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧した後，105 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）.

定 量 法　本品及びエストリオール標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエストリオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（51：49）

流量：エストリオールの保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エストリオール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエストリオールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法　容　　器　気密容器.

エストリオール錠
Estriol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$：288.38）を含む.

製　法　本品は「エストリオール」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）本品を粉末とし，表示量に従い「エストリオール」2 mg に対応する量をとり，エタノール（95）20 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液につき，「エストリオール」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，メタノール 15 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜる．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液一定量を正確に量り，1 mL 中にエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 5 μg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に一定量とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，以下「エストリオール」の定量法を準用する．ただし，内標準溶液は安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 40000）とする．試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差（%）が 15 % 以内のときは適合とする．また，偏差（%）が 15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個のときは，新たに試料 20 個をとって試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差（%）を計算するとき，15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個以下で，かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする．

溶出性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 0.1 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，「エストリオール」の定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，エストリオールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 10)$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の表示量（mg）

定量法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，水 5 mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，メタノール 25 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．更にメタノール 25 mL を加え，同様の操作を 2 回繰り返し，上澄液を合わせ，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，以下「エストリオール」の定量法を準用する．

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 5000）

貯法　容器　気密容器．

エストリオール水性懸濁注射液
Estriol Injection (Aqueous Suspension)

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$：288.38）を含む．

製法　本品は「エストリオール」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は振り混ぜるとき，白濁する．

確認試験

（1）本品をよく振り混ぜ，表示量に従い「エストリオール」2 mg に対応する容量をとり，エタノール（95）を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，「エストリオール」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品をよく振り混ぜ，エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 5 mg に対応する容量を正確に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「エストリオール」の定量法を準用する．

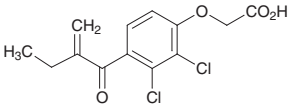
エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 5000）

貯　法　容　　器　密封容器.

エタクリン酸
Etacrynic Acid



$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$：303.14

[2,3-Dichloro-4-(2-ethylacryloyl)phenoxy]acetic acid

[*58-54-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）98.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い.

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい.

確認試験

（1）　本品 0.2 g を酢酸（100）10 mL に溶かし，この液 5 mL をとり，臭素試液 0.1 mL を加えるとき，試液の色は消える．また，残りの 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，試液の色は直ちにうすいだいだい色に変わる.

（2）　本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，水浴中で 3 分間加熱する．冷後，クロモトロープ酸試液 1 mL を加えて水浴中で 10 分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する.

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

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する.

融　点〈*2.60*〉　121 ～ 125 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）.

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸エチル/酢酸（100）混液（6：5：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.25 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，2 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加える．これに塩酸 3 mL を加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，60 分間暗所に放置する．次に水 50 mL 及びヨウ化カリウム試液 15 mL を注意して加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う.

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 15.16 mg $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

貯　法　容　　器　密閉容器.

エタクリン酸錠
Etacrynic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$：303.14）を含む.

製　法　本品は「エタクリン酸」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）本品を粉末とし，表示量に従い「エタクリン酸」0.3 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え，ジクロロメタン 50 mL で抽出する．ジクロロメタン抽出液をろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「エタクリン酸」の確認試験（1），（2）及び（4）を準用する.

（2）（1）の残留物につき，メタノールを加えて溶かし，「エタクリン酸」のメタノール溶液（1 → 20000）を調製する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 268 ～ 272 nm に吸収の極大を示す.

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する.

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用エタクリン酸を 60 ℃で 2 時間減圧乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，

紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W_S：定量用エタクリン酸の秤取量（mg）
C：1 錠中のエタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え，ジクロロメタン 30 mL ずつで 3 回抽出する．ジクロロメタン抽出液は脱脂綿を用いてヨウ素瓶にろ過する．次にジクロロメタン少量で脱脂綿を洗い，洗液は先の抽出液と合わせる．この液を水浴上で空気を送りながら蒸発乾固し，残留物を酢酸（100）20 mL に溶かし，以下「エタクリン酸」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 15.16 mg $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

エタノール

Ethanol
アルコール



C_2H_6O：46.07
Ethanol ［*64-17-5*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は 15 ℃ でエタノール（C_2H_6O）95.1 ～ 96.9 vol% を含む（比重による）．

◆**性 状** 本品は無色澄明の液である．
本品は水と混和する．
本品は燃えやすく，点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．
本品は揮発性である．◆

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比 重〈2.56〉 d_{15}^{15}：0.809 ～ 0.816

純度試験

（1） 溶状 本品は無色澄明である．また，本品 1.0 mL に水を加えて 20 mL とし，5 分間放置するとき，液は澄明である．
比較液：水

（2） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に新たに煮沸して冷却した水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1.0 mL にエタノール（95）7.0 mL 及び水 2.0 mL を加えた液 0.1 mL を加えるとき，液は無色である．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は淡紅色を呈する．

（3） 揮発性混在物 本品 500 mL を正確に量り，4-メチルペンタン-2-オール 150 μL を加えて試料溶液とする．別に無水メタノール 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．また，無水メタノール及びアセトアルデヒド 50 μL ずつをとり，本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．更に，アセタール 150 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（3）とする．更に，ベンゼン 100 μL に本品を加えて正確に 100 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（4）とする．本品，試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，本品のアセトアルデヒドのピーク面積 A_E，ベンゼンのピーク面積 B_E，アセタールのピーク面積 C_E 及び標準溶液（1）のメタノールのピーク面積，標準溶液（2）のアセトアルデヒドのピーク面積 A_T，標準溶液（3）のアセタールのピーク面積 C_T，標準溶液（4）のベンゼンのピーク面積 B_T を求めるとき，本品のメタノールのピーク面積は，標準溶液（1）のメタノールのピーク面積の 1/2 以下である．また，次式により混在物の量を求めるとき，アセトアルデヒド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして 10 vol ppm より大きくなく，ベンゼンの量は 2 vol ppm より大きくない．また，試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積は，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積以下である．ただし，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積の 3 % 以下のピークは用いない．

アセトアルデヒド及びアセタールの量の和（vol ppm）
$= \{(10 \times A_E) / (A_T - A_E)\} + \{(30 \times C_E) / (C_T - C_E)\}$

ベンゼンの量（vol ppm）$= 2\ B_E / (B_T - B_E)$

必要ならば，異なる極性の固定相（液相）の他の適切なクロマトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う．

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピルフェニル－94 % ジメチルシリコーンポリマーを厚さ 1.8 μm で被覆する．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度で注入し，12 分間保った後，240 ℃ になるまで 1 分間に 10 ℃ の割合で昇温し，240 ℃ 付近の一定温度で 10 分間保つ．
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：35 cm/秒

スプリット比：1：20

システムの性能：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアルデヒド，メタノールの順に流出し，その分離度は 1.5 以上である．

（4）他の混在物（吸光度） 本品につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 240 nm，250 nm ～ 260 nm 及び 270 nm ～ 340 nm における吸光度は，それぞれ 0.40，0.30 及び 0.10 以下である．また，水を対照とし，層長 5 cm のセルを用い，波長 235 nm ～ 340 nm における吸収スペクトルを測定するとき，吸収曲線は平坦である．

（5） 蒸発残留物 本品 100 mL を正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.5 mg 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

◆容　　器　気密容器.◆

無水エタノール

Anhydrous Ethanol

無水アルコール



C_2H_6O：46.07

Ethanol ［*64-17-5*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は 15 ℃ でエタノール（C_2H_6O）99.5 vol% 以上を含む（比重による）．

◆**性　状**　本品は無色澄明の液である．

本品は水と混和する．

本品は燃えやすく，点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．

本品は揮発性である．

沸点：78 ～ 79 ℃.◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比　重〈2.56〉　d_{15}^{15}：0.794 ～ 0.797

純度試験

（1） 溶状　本品は無色澄明である．また，本品 1.0 mL に水を加えて 20 mL とし，5 分間放置するとき，液は澄明である．

比較液：水

（2） 酸又はアルカリ　本品 20 mL に新たに煮沸して冷却した水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1.0 mL にエタノール（95）7.0 mL 及び水 2.0 mL を加えた液 0.1 mL を加えるとき，液は無色である．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は淡紅色を呈する．

（3） 揮発性混在物　本品 500 mL を正確に量り，4-メチルペンタン-2-オール 150 μL を加えて試料溶液とする．別に無水メタノール 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．また，無水メタノール及びアセトアルデヒド 50 μL ずつをとり，本品を加えて正確に 50 mL とする．この液　100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．更に，アセタール 150 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（3）とする．更に，ベンゼン 100 μL に本品を加えて正確に 100 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（4）とする．本品，試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，本品のアセトアルデヒドのピーク面積 A_E，ベンゼンのピーク面積 B_E，アセタールのピーク面積 C_E 及び標準溶液（1）のメタノールのピーク面積，標準溶液（2）のアセトアルデヒドのピーク面積 A_T，標準溶液（3）のアセタールのピーク面積 C_T，標準溶液（4）のベンゼンのピーク面積 B_T を求めるとき，本品のメタノールのピーク面積は，標準溶液（1）のメタノールのピーク面積の 1/2 以下である．また，次式により混在物の量を求めるとき，アセトアルデヒド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして 10 vol ppm より大きくなく，ベンゼンの量は 2 vol ppm　より大きくない．また，試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積は，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積以下である．ただし，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積の 3 % 以下のピークは用いない．

アセトアルデヒド及びアセタールの量の和（vol ppm）

$= \{(10 \times A_E) / (A_T - A_E)\} + \{(30 \times C_E) / (C_T - C_E)\}$

ベンゼンの量（vol ppm）$= 2\ B_E / (B_T - B_E)$

必要ならば，異なる極性の固定相（液相）の他の適切なクロマトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピルフェニル－94 % ジメチルシリコーンポリマーを厚さ 1.8 μm で被覆する．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度で注入し，12 分間保った後，240 ℃ になるまで 1 分間に 10 ℃ の割合で昇温し，240 ℃ 付近の一定温度で 10 分間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35 cm/秒

スプリット比：1：20

システムの性能：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアルデヒド，メタノール

の順に流出し，その分離度は 1.5 以上である．

（4） 他の混在物（吸光度） 本品につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 240 nm，250 nm ～ 260 nm 及び 270 nm ～ 340 nm における吸光度は，それぞれ 0.40，0.30 及び 0.10 以下である．また，水を対照とし，層長 5 cm のセルを用い，波長 235 nm ～ 340 nm における吸収スペクトルを測定するとき，吸収曲線は平坦である．

（5） 蒸発残留物 本品 100 mL を正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.5 mg 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

◆容 器 気密容器.◆

消毒用エタノール

Ethanol for Disinfection

消毒用アルコール

本品は 15 ℃ でエタノール（C_2H_6O：46.07）76.9 ～ 81.4 vol% を含む（比重による）．

製 法

エタノール	830 mL
精 製 水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

本品は水と混和する．

本品は点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．

本品は揮発性である．

確認試験

（1） 本品 1 mL にヨウ素試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品 1 mL に酢酸（100）1 mL 及び硫酸 3 滴を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

比 重〈2.56〉 d_{15}^{15}：0.860 ～ 0.873

純度試験 「エタノール」の純度試験を準用する．

貯 法

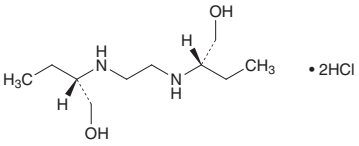
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器.

エタンブトール塩酸塩

Ethambutol Hydrochloride

塩酸エタンブトール



$C_{10}H_{24}N_2O_2$・2HCl：277.23

2,2′-(Ethylenediimino)bis[(2*S*)-butan-1-ol] dihydrochloride

[*1070-11-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エタンブトール塩酸塩（$C_{10}H_{24}N_2O_2$・2HCl）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.4 ～ 4.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 40 mL に溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 20 mL を加え，1 時間放置する．生じた沈殿をろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 193 ～ 197 ℃ である．

（3） 本品の水溶液（1 → 30）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+5.5 ～ +6.1°（乾燥後，5 g，水，50 mL，200 mm）．

融 点〈2.60〉 200 ～ 204 ℃

純度試験

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

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 2-アミノブタノール 本品 5.0 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に 2-アミノ-1-ブタノール 0.05 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/塩酸/水混液（11：7：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，105 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液を均等に噴霧し，風乾後，105 ℃ で 5 分間加

熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

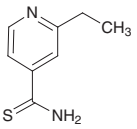
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 20 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 1.8 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 7 mL を振り混ぜながら加えた後，水を加えて正確に 50 mL とし，遠心分離する．その上澄液 10 mL を正確に量り，pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水 100 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：Cu–PAN 試液 0.15 mL）．ただし，滴定の終点は液の青紫色が淡赤色を経て淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.772 mg $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$

貯 法 容 器　気密容器．

エチオナミド

Ethionamide



$C_8H_{10}N_2S$：166.24

2–Ethylpyridine–4–carbothioamide　［*536–33–4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エチオナミド（$C_8H_{10}N_2S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 160000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　161 ～ 165 ℃

純度試験

（1）　酸　本品 3.0 g にメタノール 30 mL を加え，加温して溶かし，更に水 90 mL を加え，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 80 mL にクレゾールレッド試液 0.8 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に，試料溶液 0.2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液（6：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットで，標準溶液（2）のスポットより濃いものは 1 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

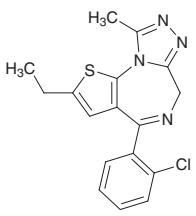
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*–ナフトールベンゼイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL　= 16.62 mg $C_8H_{10}N_2S$

貯 法 容 器　密閉容器．

エチゾラム

Etizolam



$C_{17}H_{15}ClN_4S$：342.85

4–(2–Chlorophenyl)–2–ethyl–9–methyl–6*H*–thieno[3,2–*f*][1,2,4]triazolo[4,3–*a*][1,4]diazepine

［*40054–69–1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エチゾラム（$C_{17}H_{15}ClN_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，アセトニトリル又は無水酢酸にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　146 ～ 149 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 20 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエチゾラム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のエチゾラムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かして 1000 mL とした液に，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.5 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：エチゾラムの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエチゾラムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たエチゾラムのピーク面積が，標準溶液のエチゾラムのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 0.02 g ずつを移動相に溶かし，50 mL とする．この液 1 mL に移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，エチゾラムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第 2 変曲点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.14 mg $C_{17}H_{15}ClN_4S$

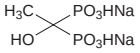
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エチドロン酸二ナトリウム

Etidronate Disodium



$C_2H_6Na_2O_7P_2$：249.99

Disodium dihydrogen (1-hydroxyethylidene) diphosphonate [*7414-83-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.4 ～ 5.4 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えて 10 分間振り混ぜるとき，青色の沈殿を生じる．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，希酢酸 2 mL を加えた後，遠心分離を行い，上澄液を用いる．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　亜リン酸塩　本品約 3.5 g を精密に量り，0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH 8.0 に調整した液 100 mL に溶かした後，0.05 mol/L

ヨウ素液 20 mL を正確に加え，直ちに密栓する．この液を暗所で 30 分間放置した後，酢酸（100）1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．亜リン酸塩（NaH_2PO_3）の量を求めるとき，1.0 % 以下である．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 5.199 mg NaH_2PO_3

（4） メタノール 本品約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別にメタノール 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のメタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し，メタノール（CH_4O）の量を求めるとき，0.1 % 以下である．

メタノール（CH_4O）の量（%）
$= (1 / W) \times (A_T / A_S) \times (1 / 20) \times 0.79$

W：試料の秤取量（g）
0.79：メタノールの密度（g/mL）

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管に 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを充てんする．
カラム温度：130 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：メタノール及びエタノール（99.5）1 mL をとり，水を加えて 100 mL とする．この液 1 mL をとり，水を加えて 100 mL とする．この液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，メタノール，エタノールの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の試験を 6 回繰り返すとき，メタノールのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，210 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）5 mL を用いて調製した内径 10 mm のカラムに入れ，1 分間に約 1.5 mL の流速で流出させる．次に水 25 mL ずつを用いてカラムを 2 回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 12.50 mg $C_2H_6Na_2O_7P_2$

貯 法 容 器 気密容器．

エチドロン酸二ナトリウム錠
Etidronate Disodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$：249.99）を含む．

製 法 本品は「エチドロン酸二ナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「エチドロン酸二ナトリウム」0.2 g に対応する量をとり，水 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，「エチドロン酸二ナトリウム」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「エチドロン酸二ナトリウム」0.4 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液の全量を減圧下蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）15 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離する．エタノールを除き，残留物を 150 ℃ で 4 時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1170 cm^{-1}，1056 cm^{-1}，916 cm^{-1}，811 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）約 0.22 mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用エチドロン酸二ナトリウムを 210 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）約 0.12，0.21 及び 0.24 mg を含む液となるように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及びそれぞれの標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに硫酸銅（Ⅱ）溶液（7 → 10000）2 mL を正確に加えた後，水を加えて正確に 10 mL とする．これらの液につき，硫酸銅（Ⅱ）溶液（7 → 10000）2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 233 nm における吸光度を測定する．標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウムの濃度 C_T を求めるとき，本品の 60 分間の溶出率は 85 % 以上である．

エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）の表示量に対する溶出率（%）

$= C_T \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

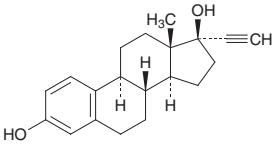
C_T：試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）の濃度（μg/mL）

C：1 錠中のエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，水 30 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．ろ液 15 mL を正確に量り，以下「エチドロン酸二ナトリウム」の定量法を準用する．

貯　法　容　　器　気密容器．

エチニルエストラジオール
Ethinylestradiol



$C_{20}H_{24}O_2$：296.40

17α-Ethynylestra-1,3,5(10)-triene-3,17β-diol　[*57-63-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジン又はテトラヒドロフランに溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 2 mg を硫酸/エタノール（95）混液（1：1）1 mL に溶かすとき，液は帯紫赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 2 mL を加えるとき，液は赤紫色に変わる．

（2）　本品 0.02 g を共栓試験管にとり，水酸化カリウム溶液（1 → 20）10 mL に溶かし，塩化ベンゾイル 0.1 g を加えて振り混ぜ，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 200 ～ 202 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−26 ～ −31°（乾燥後，0.1 g，ピリジン，25 mL，200 mm）．

融　点〈*2.60*〉　180 ～ 186 ℃ 又は 142 ～ 146 ℃.

純度試験　エストロン　本品 5 mg をエタノール（95）0.5 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン 0.05 g を加え，これに新たに製した希水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加え，暗所に 1 時間放置した後，更にエタノール（95）10 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：本品を用いないで同様に操作して製する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし，硝酸銀溶液（1 → 20）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 29.64 mg $C_{20}H_{24}O_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エチニルエストラジオール錠
Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$：296.40）を含む．

製　法　本品は「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法で得た試料溶液 5 mL を蒸発乾固し，残留物を硫酸/エタノール（95）混液（2：1）2 mL に溶かすとき，液の色は淡赤色を呈し，黄色の蛍光を発する．この液に注意して水 4 mL を加えるとき，液の色は赤紫色に変わる．

（2）　定量法で得た試料溶液 10 mL をとり，これを蒸発乾固し，残留物に酢酸（31）0.2 mL 及びリン酸 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱するとき，液の色は紅色で，黄緑色の蛍光を発する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を分液漏斗にとり，崩壊試験第 2 液 10 mL を加え，崩壊するまで振り混ぜた後，希硫酸 10 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜ，クロロホルム層を無水硫酸ナトリウム 5 g を置いたろ紙を通して三角フラスコ中にろ過する．水層は更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し，同様に操作して先のろ液に合わせる．これを水浴上で窒素を送風しながら穏やかに蒸発し，残留物にメタノール 100 mL を正確に加えて溶かし，必要ならば遠心分離する．上澄液 x mL を正確に量り，1 mL 中にエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）約 40 ng を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし，試料溶液とする．別にエチニルエストラジオール標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，1 mL 中にエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）約 40 ng を含む液となるように調製し，標準溶液とする．共栓試験管 T，S 及び B に硫酸・メタノール試液 4 mL ずつを正確に量り，氷冷した後，試料溶液，標準溶液及びメタノールをそれぞれ正確に 1 mL ずつ加えて直ちに振り混ぜ，30 ℃ の水浴中に 40 分間放置した後，20 ℃ の水浴中に 5 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起の

波長 460 nm，蛍光の波長 493 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定する．

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (V / 2500) \times (1 / x)$

W_S：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

定 量 法

（ⅰ） クロマトグラフィー管　内径 25 mm，長さ 300 mm の管を用い，下部にはガラスウールを入れ，この上に無水硫酸ナトリウム 5 g を入れる．

（ⅱ） カラム　クロマトグラフィー用ケイソウ土 5 g をとり，200 mL のビーカーに入れ，これに 1 mol/L 塩酸試液 4 mL を加えてよくしみ込ませ，均一になるまでよく混ぜる．これをクロマトグラフィー管に少しずつ入れ，60 ～ 80 mm の層になるように圧さく棒で適度にかたく詰める．

（ⅲ） 標準溶液　エチニルエストラジオール標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．

（ⅳ） 試料　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，50 mL のビーカーに入れ，これに水 2 mL を加え，よく振り混ぜた後，更にクロロホルム 3 mL を加えてよく振り混ぜる．これにクロマトグラフィー用ケイソウ土 4 g を加え，内容物が器壁に付かなくなるまでよく混ぜて試料とする．

（ⅴ） 操作法　試料は漏斗を用いてカラムに加え，適度にかたく詰める．ビーカーに付着した試料はクロマトグラフィー用ケイソウ土 0.5 g を加えてよく混ぜた後，クロマトグラフィー管に入れる．更に，ビーカー及び圧さく棒に付着した試料はガラスウールでぬぐいとり，クロマトグラフィー管に入れる．これを圧さく棒で押し下げ，カラムの上部から軽く押さえる．カラムの高さは 110 ～ 130 mm にする．次にクロロホルム 70 mL を量り，クロマトグラフィー管の内壁を洗った後，残りをクロマトグラフィー管に入れる．流出速度は 1 分間 0.8 mL 以下とし，流出液を集める．流出が終わったらクロマトグラフィー管の下部を少量のクロロホルムで洗い込み，更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液 6 mL ずつを正確に量り，それぞれを分液漏斗に入れ，これにイソオクタン 20 mL を加える．更に硫酸/メタノール混液（7：3）10 mL を正確に加え，5 分間激しく振り混ぜた後，暗所に 15 分間放置し，遠心分離する．ここで得た呈色液につき，クロロホルム 6 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 540 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

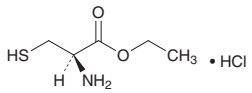
エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_S：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　器　密閉容器．

L–エチルシステイン塩酸塩

Ethyl L–Cysteine Hydrochloride
塩酸エチルシステイン
塩酸 L–エチルシステイン



$C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$：185.67
Ethyl (2*R*)–2–amino–3–sulfanylpropanoate monohydrochloride
［*868–59–7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L–エチルシステイン塩酸塩（$C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味は初め苦く，後に舌を焼くようである．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

融点：約 126 ℃（分解）．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－10.0 ～ －13.0°（乾燥後，2 g，1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

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

（3） 類縁物質　本操作は速やかに行う．本品及び *N*–エチルマレイミド 0.05 g ずつを移動相 5 mL に溶かし，30 分間放置し，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，標準溶液の L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体に対する相対保持時間が約 0.7 の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液の L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体のピーク面積より大きくない．また試料溶液の L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体及び *N*–エチルマレイミド以外の各々のピーク面積は，標準溶液の L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体のピーク面積の 1/3 より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径約 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（2：1）

流量：L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体の保持時間が約 4 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.05 g，L–システイン塩酸塩一水和物 0.01 g 及び *N*–エチルマレイミド 0.05 g を移動相 25 mL に溶かし，30 分間放置する．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，L–システインの *N*–エチルマレイミド付加体，L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体，*N*–エチルマレイミドの順に溶出し，各成分が完全に分離し，L–システインの *N*–エチルマレイミド付加体と L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体の分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得た L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体のピーク高さが 10 ～ 20 mm になるように調整する．

面積測定範囲：L–エチルシステインの *N*–エチルマレイミド付加体の保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン(V)，5 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を共栓フラスコに精密に量り，新たに煮沸し，窒素気流中で 5 ℃ 以下に冷却した水 10 mL に溶かし，あらかじめ 5 ℃ 以下に冷却した 0.05 mol/L ヨウ素液 20 mL を正確に加え，30 秒間放置した後，5 ℃ 以下に冷却しながら 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 18.57 mg $C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$

貯 法 容 器　気密容器．

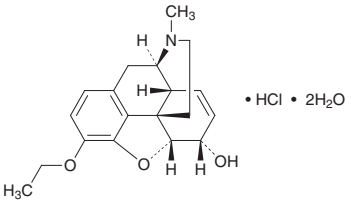
エチルモルヒネ塩酸塩水和物

Ethylmorphine Hydrochloride Hydrate

エチルモルヒネ塩酸塩

塩酸エチルモルヒネ

ジオニン



$C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl \cdot 2H_2O$：385.88

(5*R*,6*S*)–4,5–Epoxy–3–ethoxy–17–methyl–7,8–didehydromorphinan–6–ol monohydrochloride dihydrate

［*125–30–4*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エチルモルヒネ塩酸塩（$C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl$：349.85）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

融点：約 123 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉 を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－103 ～ －106°（脱水物に換算したもの 0.4 g，水，20 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験　類縁物質　本品 0.20 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5)/トルエン/アセトン/アンモニア水(28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分 〈*2.48*〉　8.0 ～ 10.0 %（0.25 g，容量滴定法，直接滴

定).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (0.5 g).

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7：3) 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.99 mg $C_{19}H_{23}NO_3$・HCl

貯 法

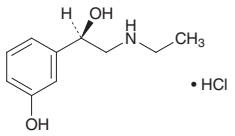
保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

エチレフリン塩酸塩

Etilefrine Hydrochloride

塩酸エチレフリン



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl：217.69

(1*RS*)−2−Ethylamino−1−(3−hydroxyphenyl)ethanol monohydrochloride [*943−17−9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) 98.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

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

本品は光によって徐々に黄褐色に着色する.

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない.

確認試験

(1) 本品 5 mg を薄めた塩酸 (1 → 1000) 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

(3) 本品の水溶液 (1 → 1000) は塩化物の定性反応 (2)〈*1.09*〉を呈する.

融 点〈*2.60*〉 118 ～ 122 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

(2) 酸又はアルカリ 本品の水溶液 (1 → 50) 10 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL 及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.2 mL を加えるとき，液は黄色を呈する. この液に液が赤色を呈するまで 0.01 mol/L 塩酸を加えるとき，その量は 0.4 mL 以下である.

(3) 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.85 g をとり，試験を行う. 比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.020 % 以下).

(4) 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 30 mL 及び酢酸 (100) 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加え，pH 3.3 に調整し，水を加えて 50 mL とする. これを検液とし，試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下).

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (1 g，105 ℃，4 時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，酢酸 (100) 20 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.77 mg $C_{10}H_{15}NO_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

エチレフリン塩酸塩錠

Etilefrine Hydrochloride Tablets

塩酸エチレフリン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するエチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl：217.69) を含む.

製 法 本品は「エチレフリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エチレフリン塩酸塩」5 mg に対応する量をとり，薄めた塩酸 (1 → 1000) 60 mL を加え，よく振り混ぜた後，更に薄めた塩酸 (1 → 1000) 40 mL を加えてろ過する. ろ液につき，薄めた塩酸 (1 → 1000) を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 271 ～ 275 nm に吸収の極大を示す.

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品 1 個をとり，薄めた塩酸 (1 → 1000) 60 mL を加え，以下定量法を準用する.

エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) の量 (mg)
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量 (mg)

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする. エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) 約 5 mg に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸 (1 → 1000) 60 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，薄めた塩酸 (1 → 1000) を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する. 初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする. 別に定量用塩酸エチレフリンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めた塩酸 (1 → 1000) に溶かし，正確に 100 mL とする. 更にこの液 10 mL を正確に量り，薄めた塩酸 (1 → 1000) を加えて，正確に 100 mL とし，

標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエチレフリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

エチレフリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

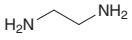
W_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5 g を水 940 mL 及びアセトニトリル 500 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.3 に調整する．
流量：エチレフリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：硫酸バメタン 4 mg 及び塩酸エチレフリン 4 mg を，移動相に溶かし，50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，エチレフリン，バメタンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エチレフリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

エチレンジアミン

Ethylenediamine



$C_2H_8N_2$：60.10
Ethane-1,2-diamine ［*107-15-3*］

本品は定量するとき，エチレンジアミン（$C_2H_8N_2$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，アンモニアようの特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は腐食性及び刺激性がある．

本品は空気中に放置するとき，徐々に変化する．

比重　d_{20}^{20}：約 0.898

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 500）はアルカリ性である．
（2）　本品 2 滴を硫酸銅（Ⅱ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，青紫色を呈する．
（3）　本品 0.04 g に塩化ベンゾイル 6 滴及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，時々振り混ぜながら 2 ～ 3 分間加温する．生じた白色の沈殿をろ取し，水で洗い，エタノール（95）8 mL を加え加温して溶かす．直ちに水 8 mL を加え，冷却し，生じた結晶をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 247 ～ 251 ℃ である．

純度試験
（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をるつぼに量り，水浴上で蒸発乾固した後，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（2）　蒸発残留物　本品 5 mL を正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 3.0 mg 以下である．

蒸留試験〈2.57〉　114 ～ 119 ℃，95 vol% 以上．

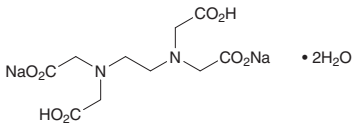
定 量 法　本品約 0.7 g を水 25 mL を入れた共栓三角フラスコに精密に量り，水 50 mL を加え，1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 3 滴）．

1 mol/L 塩酸 1 mL = 30.05 mg $C_2H_8N_2$

貯　法
保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．
容　　器　気密容器．

エデト酸ナトリウム水和物

Disodium Edetate Hydrate
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム
エデト酸ナトリウム
EDTA ナトリウム



$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$：372.24
Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate dihydrate ［*6381-92-6*］

本品は定量するとき，エデト酸ナトリウム水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし，クロム酸カリウム溶液（1 → 200）2 mL 及び三酸化二ヒ素試液 2 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．
（2）　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点

〈2.60〉は 240 ～ 244 ℃（分解）である．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.3 ～ 4.7 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） シアン化物 本品 1.0 g を丸底フラスコにとり，水 100 mL に溶かし，リン酸 10 mL を加えて蒸留する．受器にはあらかじめ 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を入れた 100 mL のメスシリンダーを用い，これに冷却器の先端を浸し，全量が 100 mL となるまで蒸留し，試料溶液とする．試料溶液 20 mL を共栓試験管にとり，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，希酢酸で中和し，pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 5 mL 及び薄めたトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液（1 → 5）1.0 mL を加えて直ちに栓をして静かに混和した後，2 ～ 3 分間放置し，ピリジン・ピラゾロン試液 5 mL を加えてよく混和し，20 ～ 30 ℃ で 50 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液 1.0 mL を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 20 mL を共栓試験管にとり，以下試料溶液と同様に操作する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

強熱残分〈2.44〉 37 ～ 39 %（1 g）．

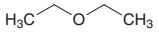
定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.1 mol/L 亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．ただし，滴定の終点は，液の青色が赤色に変わるときとする．

0.1 mol/L 亜鉛液 1 mL = 37.22 mg $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 密閉容器．

エーテル

Ether



$C_4H_{10}O$：74.12

Diethyl ether ［*60-29-7*］

本品はエーテル（$C_4H_{10}O$）96 ～ 98 % を含む（比重による）．

本品は少量のエタノール及び水を含む．

本品は麻酔用に使用できない．

性 状 本品は無色澄明の流動しやすい液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）と混和する．

本品は水にやや溶けやすい．

本品は極めて揮発しやすく，引火しやすい．

本品は空気及び光によって徐々に酸化され，過酸化物を生じる．

本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する．

沸点：35 ～ 37 ℃

比 重 d_{20}^{20}：0.718 ～ 0.721

純度試験

（1） 異臭 本品 10 mL を蒸発皿にとり，揮発して 1 mL とするとき，異臭はない．また，残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき，異臭を発しない．

（2） 酸 薄めたエタノール（4 → 5）10 mL 及びフェノールフタレイン試液 0.5 mL を 50 mL の共栓フラスコに入れ，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，液が赤色を呈し，振り混ぜてその色が 30 秒間持続する赤色を呈するようにする．この液に本品 25 mL を加え，密栓し，穏やかに振り混ぜた後，再び振り混ぜながら，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） アルデヒド 本品 10 mL をネスラー管にとり，水酸化カリウム試液 1 mL を加え，光を遮り，しばしば振り混ぜ 2 時間放置するとき，ジエチルエーテル層及び水層は着色しない．

（4） 過酸化物 本品 10 mL をネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 10）1 mL を加えて 1 分間振り混ぜた後，デンプン試液 1 mL を加えてよく振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない．

（5） 蒸発残留物 本品 140 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

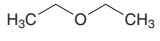
貯 法

保存条件 全満せずに入れ，遮光して，火気を避け，25 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

麻酔用エーテル

Anesthetic Ether



$C_4H_{10}O$：74.12

Diethyl ether ［*60-29-7*］

本品はエーテル（$C_4H_{10}O$）96 ～ 98 % を含む（比重による）．

本品は少量のエタノール及び水を含み，安定剤を加えることができる．

本品は容器から取り出した後，24 時間以上経過したときは麻酔用に使用できない．

性 状 本品は無色澄明の流動しやすい液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）と混和する．

本品は水にやや溶けやすい．

本品は極めて揮発しやすく，引火しやすい．

本品は空気及び光によって徐々に酸化され，過酸化物を生じる．

本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する．

沸点：35 ～ 37 ℃

比　重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.718 ～ 0.721

純度試験

（1） 異臭　本品 10 mL を蒸発皿にとり，揮発して 1 mL とするとき，異臭はない．また，残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき，異臭を発しない．

（2） 酸　薄めたエタノール（4 → 5）10 mL 及びフェノールフタレイン試液 0.5 mL を 50 mL の共栓フラスコに入れ，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，液が赤色を呈し，振り混ぜてその色が 30 秒間持続する赤色を呈するようにする．この液に本品 25 mL を加え，密栓し，穏やかに振り混ぜた後，再び振り混ぜながら，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） アルデヒド　本品 10 mL 及び亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）1 mL をあらかじめ 200 mL の共栓フラスコに入れた水 100 mL に加え，密栓して 10 秒間激しく振り混ぜ，遮光して冷所に 30 分間放置する．次にデンプン試液 2 mL を加え，液が微青色を呈するまで，0.01 mol/L ヨウ素液を滴加する．これに炭酸水素ナトリウム約 2 g を加えて振り混ぜ，液の青色を消した後，薄めた 0.01 mol/L ヨウ素液（9 → 40）1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．ただし，操作中の溶液の温度は 18 ℃ 以下とする．

（4） 過酸化物　本品 10 mL をネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 10）1 mL を加え，光を遮り，しばしば振り混ぜ 1 時間放置し，デンプン試液 1 mL を加えてよく振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない．

（5） 蒸発残留物　本品 50 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

貯　法

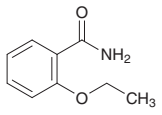
保存条件　全満せずに入れ，遮光して，火気を避け，25 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

エテンザミド

Ethenzamide

エトキシベンズアミド



$C_9H_{11}NO_2$：165.19

2-Ethoxybenzamide ［*938-73-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エテンザミド（$C_9H_{11}NO_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はアセトンにやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は約 105 ℃ でわずかに昇華し始める．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，穏やかに加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.2 g に臭化水素酸 10 mL を加え，還流冷却器を付け，穏やかに 1 時間煮沸した後に冷却し，生じた結晶性の沈殿をろ取し，氷冷した水 5 mL ずつで 3 回洗った後，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥するとき，その融点 〈2.60〉 は 158 ～ 161 ℃ である．

融　点 〈2.60〉 131 ～ 134 ℃

純度試験

（1） 塩化物 〈1.03〉 本品 0.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.050 % 以下）．

（2） 硫酸塩 〈1.14〉 本品 0.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にアセトン 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属 〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素 〈1.11〉 本品 0.40 g に硝酸カリウム 0.3 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，冷後，残留物を希硫酸 10 mL に溶かし，白煙が発生するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

（5） サリチルアミド　本品 0.20 g を薄めたエタノール（2 → 3）15 mL に溶かし，希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は紫色を呈しない．

乾燥減量 〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びエテンザミド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれに 70 mL のエタノール（95）を加え，加温して溶かす．冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール（95）を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

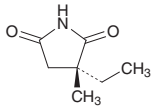
エテンザミド（$C_9H_{11}NO_2$）の量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エテンザミド標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

エトスクシミド

Ethosuximide


及び鏡像異性体

$C_7H_{11}NO_2$：141.17

(2*RS*)−2−Ethyl−2−methylsuccinimide ［*77−67−8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エトスクシミド（$C_7H_{11}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色のパラフィン状の固体又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール，エタノール（95），ジエチルエーテル又は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

融点：約 48 ℃

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.05 g をエタノール（95）1 mL に溶かし，酢酸銅（Ⅱ）一水和物溶液（1 → 100）3 滴を加え，わずかに加温した後，水酸化ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を滴加するとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

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

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 酸無水物　本品 0.50 g をエタノール（95）1 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて 5 分間放置した後，水 3 mL を加えて混和する．5 分間放置した後に比較するとき，液の赤～赤紫色は次の比較液より濃くない．

比較液：無水コハク酸 70 mg をエタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1.0 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

（6） シアン化物　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 滴，水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加え，穏やかに加温した後，希硫酸を加えて酸性にするとき，15 分以内に青色の沈殿を生じないか又は青色を呈しない．

水　分〈*2.48*〉 0.5 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

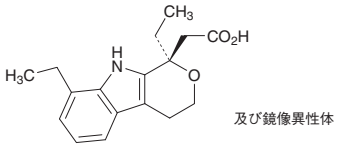
定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 14.12 mg $C_7H_{11}NO_2$

貯 法 容　器　気密容器．

エトドラク

Etodolac


及び鏡像異性体

$C_{17}H_{21}NO_3$：287.35

2−[(1*RS*)−1,8−Diethyl−1,3,4,9−tetrahydropyrano[3,4−*b*]indol−1−yl]acetic acid

［*41340−25−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エトドラク（$C_{17}H_{21}NO_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

融点：約 147 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤

入り）を用いて調製した薄層板を，L-アスコルビン酸 0.5 g をメタノール/水混液（4：1）100 mL に溶かした液を 2 cm の高さまで入れた展開槽に入れ，下端から 3 cm の高さまで展開した後，30 分間風乾する．この薄層板の下端から 2.5 cm の位置に試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを速やかにスポットし，直ちに，トルエン/エタノール（95）/酢酸（100）混液（140：60：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

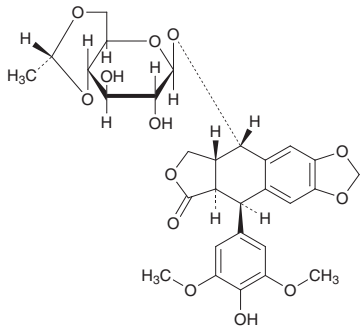
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，エタノール（99.5）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 28.74 mg $C_{17}H_{21}NO_3$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

エトポシド

Etoposide



$C_{29}H_{32}O_{13}$：588.56
(5*R*,5a*R*,8a*R*,9*S*)-9-{[4,6-*O*-(1*R*)-Ethylidene-β-D-glucopyranosyl]oxy}-5-(4-hydroxy-3,5-dimethoxyphenyl)-5,8,8a,9-tetrahydrofuro[3′,4′:6,7]naphtho[2,3-*d*][1,3]dioxol-6(5a*H*)-one ［*33419-42-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エトポシド（$C_{29}H_{32}O_{13}$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

融点：約 260 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエトポシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−100 ～ −105°（脱水物に換算したもの 0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエトポシド以外のピーク面積は，標準溶液のエトポシドのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のエトポシド以外のピークの合計面積は，標準溶液のエトポシドのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からエトポシドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 50 μL から得たエトポシドのピーク面積が標準溶液のエトポシドのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エトポシドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分 〈2.48〉 4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びエトポシド標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エトポシド（$C_{29}H_{32}O_{13}$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したエトポシド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　2,6-ジクロロフェノールのメタノール溶液（3 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：290 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸ナトリウム十水和物 6.44 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）に溶かし，1000 mL とした液にアセトニトリル 250 mL を加える．

流量：エトポシドの保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かし，移動相 8 mL を加えてよく振り混ぜる．薄めた酢酸（100）（1 → 25）0.1 mL 及びフェノールフタレイン試液 0.1 mL を加え，液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加える．15 分間放置後，薄めた酢酸（100）（1 → 25）0.1 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エトポシド及びエトポシドのピークに対する相対保持時間が約 1.3 のピークの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

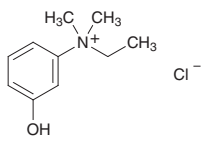
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エドロホニウム塩化物

Edrophonium Chloride

塩化エドロホニウム



$C_{10}H_{16}ClNO$：201.69

N-Ethyl-3-hydroxy-*N*,*N*-dimethylanilinium chloride

［*116-38-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸又はジエチルエーテルにはほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエドロホニウム塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉　166 ～ 171 ℃（分解）．

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.50 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）混液（16：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.17 mg $C_{10}H_{16}ClNO$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エドロホニウム塩化物注射液

Edrophonium Chloride Injection

塩化エドロホニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するエドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$：201.69）を含む．

製　法　本品は「エドロホニウム塩化物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「エドロホニウム塩化物」0.04 g に対応する容量をとり，硝酸バリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，「エドロホニウム塩化物」の確認試験（1）を準用する．

（2）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　6.5 ～ 8.0

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のエドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，カラム（50 ～ 150 μm の弱塩基性 DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体（Cl 型）10 mL を内径約 2 cm，高さ約 10 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，水 25 mL を用いて 1 分間 1 ～ 2 mL の速度で流出する．次に水 25 mL を用いて 1 分間 1 ～ 2 mL の速度でカラムを 2 回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL 及び塩化ナトリウム 5 g を加え，ジエチルエーテル/ヘキサン混液（1：1）20 mL で 4 回洗い，水層を分取し，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にエドロホニウム塩化物標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 273 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エドロホニウム塩化物標準品の秤取量（mg）

貯　法

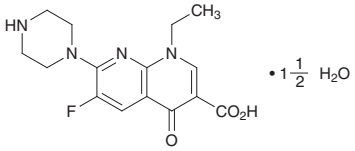
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

エノキサシン水和物

Enoxacin Hydrate

エノキサシン



$C_{15}H_{17}FN_4O_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：347.34

1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid sesquihydrate

[*84294-96-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エノキサシン（$C_{15}H_{17}FN_4O_3$：320.32）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，クロロホルムに極めて溶けにくく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.02 g 及びナトリウム 0.05 g を試験管に入れ，注意して徐々に赤熱するまで加熱する．冷後，メタノール 0.5 mL を加え，更に水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する．この液に希酢酸 2 mL を加えてろ過した液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.05 g を希水酸化ナトリウム試液に溶かし，100 mL とする．この液 1 mL をとり，水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　225 ～ 229 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g を希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液 30 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL，希水酸化ナトリウム試液 25 mL，希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg をクロロホルム/メタノール混液（7：3）25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1

mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（7：3）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 7.0 ～ 9.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.03 mg $C_{15}H_{17}FN_4O_3$

貯 法

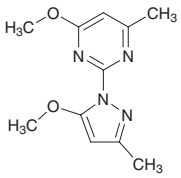
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

エピリゾール

Epirizole

メピリゾール



$C_{11}H_{14}N_4O_2$：234.25

4-Methoxy-2-(5-methoxy-3-methyl-1*H*-pyrazol-1-yl)-6-methylpyrimidine ［*18694-40-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エピリゾール（$C_{11}H_{14}N_4O_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品は希塩酸又は硫酸に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g にバニリン 0.1 g，水 5 mL 及び硫酸 2 mL を加えてしばらく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 163 ～ 169 ℃ である．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 88 ～ 91 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を硝酸カリウム 0.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.2 g をすり混ぜた混合物に加えてよくかき混ぜ，これを少量ずつ赤熱した白金るつぼに加え，反応が終わるまで赤熱する．冷後，残留物に希硫酸 15 mL 及び水 5 mL を加え，5 分間煮沸してろ過し，不溶物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.018 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/エタノール（95）/水混液（23：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（6） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

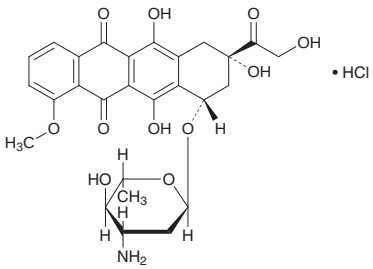
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.43 mg $C_{11}H_{14}N_4O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

エピルビシン塩酸塩

Epirubicin Hydrochloride

塩酸エピルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98

(2*S*, 4*S*)−4−(3−Amino−2, 3, 6−trideoxy−α−L−*arabino*−hexopyranosyloxy)−2, 5, 12−trihydroxy−2−hydroxyacetyl−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione monohydrochloride

[*56390−09−1*]

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり 970 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エピルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は微帯黄赤色～帯褐赤色の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール (95) に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びエピルビシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+310 ～ +340°（脱水及び脱残留溶媒物に換算したもの 10 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 10 mg を水 2 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 50 mg を水 5 mL に溶かすとき，液は濃赤色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)．

（3）　類縁物質　定量法の試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりエピルビシン及び 2−ナフタレンスルホン酸以外のピークの合計量を求めるとき，5.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエピルビシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL に移動相を加えて 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たエピルビシンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のエピルビシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

（4）　残留溶媒〈2.46〉 本品約 0.3 g を精密に量り，内標準溶液 0.6 mL を正確に加えた後，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて溶かして 6 mL とし，試料溶液とする．別にメタノール 1 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 25 mL とし，標準原液とする．アセトン 125 μL，エタノール（99.5）30 μL，1−プロパノール 32 μL 及び標準原液 17 μL をそれぞれ正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，エタノール，1−プロパノール及びメタノールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Sa}，Q_{Tb} 及び Q_{Sb}，Q_{Tc} 及び Q_{Sc} 並びに Q_{Td} 及び Q_{Sd} を求める．次式によりアセトン，エタノール，1−プロパノール及びメタノールの量を求めるとき，それぞれ 1.5 % 以下，0.5 % 以下，0.5 % 以下及び 0.1 % 以下である．

アセトンの量（%）$= (1 / W_T) \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 593$

エタノールの量（%）$= (1 / W_T) \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 142$

1−プロパノールの量（%）$= (1 / W_T) \times (Q_{Tc} / Q_{Sc}) \times 154$

メタノールの量（%）$= (1 / W_T) \times (Q_{Td} / Q_{Sd}) \times 2.23$

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　1,4−ジオキサンの *N*,*N*−ジメチルホルムアミド溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを厚さ 1 μm で被覆する．

カラム温度：注入後，40 ℃ を 11 分間，その後，毎分 10 ℃ で 90 ℃ まで昇温し，必要ならば，次に毎分 50 ℃ で 130 ℃ まで昇温する．その後，130 ℃ を 30 分間保持する．

注入口温度：120 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：150 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：内標準物質の保持時間が約 8 分になるように調整する．

スプリット比：1：15

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，エタノール，1-プロパノール，内標準物質の順に流出し，アセトンと内標準物質の分離度は 30 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトン，メタノール，エタノール及び 1-プロパノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 4.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　8.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びエピルビシン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエピルビシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エピルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：エピルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2-ナフタレンスルホン酸ナトリウムの水/アセトニトリル/メタノール/リン酸混液（540：290：170：1）溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 6 μm の液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を量り，水/アセトニトリル/メタノール/リン酸混液（540：290：170：1）を加えて溶かし，1000 mL とする．

流量：エピルビシンの保持時間が約 9.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エピルビシンの順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエピルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

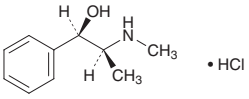
保存条件　0 ～ 5 ℃ に保存する．

容　　器　気密容器．

エフェドリン塩酸塩

Ephedrine Hydrochloride

塩酸エフェドリン



$C_{10}H_{15}NO$・HCl：201.69

(1*R*,2*S*)-2-Methylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride ［*50-98-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸（100）に溶けにくく，アセトニトリル又は無水酢酸にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 15）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−33.0 ～ −36.0°（乾燥後，1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

融　点〈*2.60*〉　218 ～ 222 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩　本品 0.05 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は変化しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液のエフェドリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 128）/アセトニトリル/リン酸混液（640：360：1）
流量：エフェドリンの保持時間が約 14 分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からエフェドリンの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のエフェドリンのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．
システムの性能：定量用塩酸エフェドリン 1 mg 及び硫酸アトロピン 4 mg を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エフェドリン，アトロピンの順に溶出し，それぞれのピークの分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.17 mg $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

エフェドリン塩酸塩散 10%

10% Ephedrine Hydrochloride Powder
塩酸エフェドリン散
塩酸エフェドリン散 10%

本品は定量するとき，エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$：201.69）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製 法

エフェドリン塩酸塩	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品 0.5 g に水 100 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，水 150 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間超音波抽出し，10 分間振り混ぜた後，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験（4）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

エフェドリン塩酸塩錠

Ephedrine Hydrochloride Tablets
塩酸エフェドリン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するエフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$：201.69）を含む．

製 法 本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05 g に対応する量をとり，水 100 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，水 150 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間超音波抽出し，10 分間振り混ぜた後，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液

体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験（4）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　密閉容器．

エフェドリン塩酸塩注射液

Ephedrine Hydrochloride Injection
塩酸エフェドリン注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するエフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$：201.69）を含む．

製　法　本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．
pH：4.5 ～ 6.5

確認試験　本品の表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05 g に対応する容量をとり，水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉　7.5 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のエフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）約 40 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

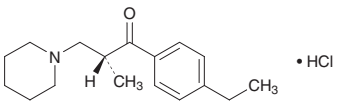
W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験（4）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

エペリゾン塩酸塩

Eperisone Hydrochloride
塩酸エペリゾン



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$：295.85
(2*RS*)-1-(4-Ethylphenyl)-2-methyl-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride ［*56839-43-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エペリゾン塩酸塩（$C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすい．
融点：約 167 ℃（分解）．
本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 50）は，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 塩酸ピペリジン 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，薄めた塩酸（1 → 2）2.0 mL，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）2.0 mL 及びアンモニア水（28）1.5 mL を加え，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン溶液（1 → 1000）2.0 mL をとり，水 18 mL を加え，薄めた塩酸（1 → 2）2.0 mL，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）2.0 mL 及びアンモニア水（28）1.5 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液にイソプロピルエーテル/二硫化炭素混液（3：1）10 mL ずつを加え，30 秒間振り混ぜ，2 分間放置した後，それぞれの上層の液の色を比較するとき，試料溶液から得た液の色は標準溶液から得た液の色より濃くない．

（3） 類縁物質 本品 0.1 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエペリゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエペリゾンのピーク面積の 1/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.0375 mol/L 1-デカンスルホン酸ナトリウム試液/過塩素酸混液（600：400：1）

流量：エペリゾンの保持時間が約 17 分になるように調整する．

面積測定範囲：エペリゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たエペリゾンのピーク面積が，標準溶液のエペリゾンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エペリゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エペリゾンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 0.20 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

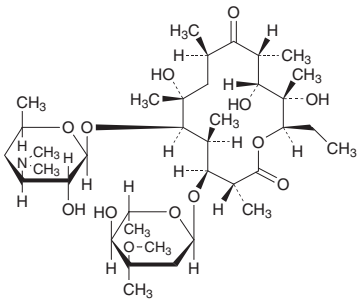
定 量 法 本品約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.58 mg $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

エリスロマイシン

Erythromycin



$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide ［*114-07-8*］

本品は，*Saccharopolyspora erythraea* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエリスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びエリスロマイシン標準品 10 mg ずつをメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－71 ～ －78°（脱水物に換算したもの 1 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，薄めた塩酸（1 → 2）の代わりに塩酸を用いる（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 40 mg をメタノール 2 mL に溶かした後，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にエリスロマイシン標準品 16 mg をメタノール 2 mL に溶かし，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準原液とする．エリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C 5 mg ずつをメタノール 2 mL に溶かした後，標準原液 2 mL を正確に加え，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C のピーク面積は，それぞれ標準溶液のエリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C のピーク面積より大きくない．また，エリスロマイシン，エリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C 以外の各々のピーク面積は，標準溶液のエリスロマイシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 8 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g を水に溶かして 100 mL とし，薄めたリン酸（1 → 10）で pH 9.0 に調整する．この液 50 mL に，*t*－ブチルアルコール 190 mL 及びアセトニトリル 30 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：エリスロマイシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエリスロマイシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：*N*－デメチルエリスロマイシン 2 mg を標準溶液 10 mL に溶かす．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*－デメチルエリスロマイシン，エリスロマイシン C，エリスロマイシン，エリスロマイシン B の順に溶出し，*N*－デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシン C の分離度は 0.8 以上，*N*－デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシンの分離度は 5.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，エリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

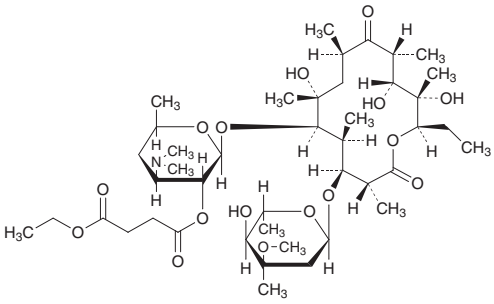
貯　法　容　器　密閉容器．

エリスロマイシンエチルコハク酸エステル

Erythromycin Ethylsuccinate

エチルコハク酸エリスロマイシン

コハク酸エリスロマイシンエチル



$C_{43}H_{75}NO_{16}$：862.05

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-[3,4,6-Trideoxy-2-*O*-(3-ethoxycarbonylpropanoyl)-3-dimethylamino-*β*-D-*xylo*-hexopyranosyloxy]-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide ［*41342-53-4*］

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 780 ～ 900 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（2） 本品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

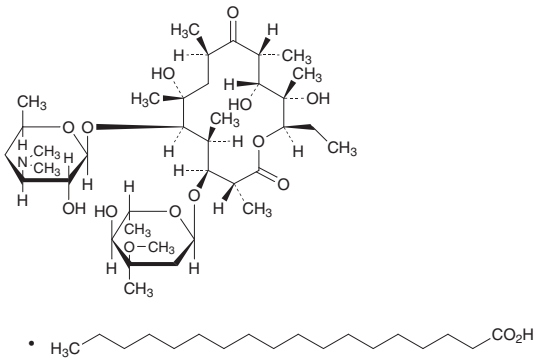
（iv） 試料溶液 本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

エリスロマイシンステアリン酸塩

Erythromycin Stearate

ステアリン酸エリスロマイシン



$C_{37}H_{67}NO_{13}$・$C_{18}H_{36}O_2$：1018.40

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide monostearate ［*643-22-1*］

本品は，エリスロマイシンのステアリン酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 600 ～ 720 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（2） 本品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

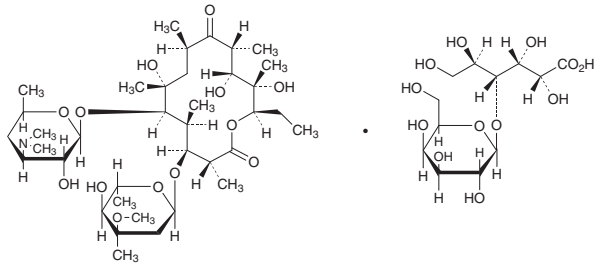
（iv）　試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

エリスロマイシンラクトビオン酸塩

Erythromycin Lactobionate

ラクトビオン酸エリスロマイシン



$C_{37}H_{67}NO_{13}$・$C_{12}H_{22}O_{12}$：1092.22

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide mono(4-*O*-*β*-D-galactopyranosyl-D-gluconate)　[*3847-29-8*]

本品は，エリスロマイシンのラクトビオン酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 590 ～ 700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，アセトンに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 3 mg にアセトン 2 mL を加え，更に塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～暗紫色に変わる．

（2）　本品約 0.3 g にアンモニア試液 15 mL を加えた後，クロロホルム 15 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液をクロロホルム 15 mL で 3 回洗った後，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール/水混液（3：2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にラクトビオン酸 0.10 g をメタノール/水混液（3：2）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（3：3：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，105 ℃で 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットは暗褐色を呈し，標準溶液から得た主スポットの色調及び R_f 値と等しい．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする

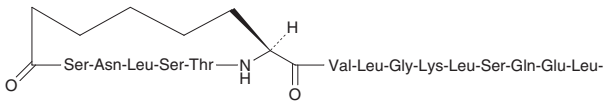
（iii）　標準溶液　エリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

エルカトニン

Elcatonin



His-Lys-Leu-Gln-Thr-Tyr-Pro-Arg-Thr-Asp-Val-Gly-Ala-Gly-Thr-Pro-NH_2

$C_{148}H_{244}N_{42}O_{47}$：3363.77

[*60731-46-6*]

本品は定量するとき，水分，酢酸を除いたペプチド 1 mg 当たり 5000 ～ 7000 エルカトニン単位を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液（1 → 500）の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

確認試験　本品 5 mg を水 5 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

構成アミノ酸　本品約 1 mg を加水分解用試験管にとり，フェノール塩酸試液を加えて溶かし，窒素置換後，減圧下密封

し，110±2 ℃ で 24 時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧で蒸発乾固し，残留物に 0.02 mol/L 塩酸試液約 1 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別に L-アスパラギン酸 1.33 mg，L-トレオニン 1.19 mg，L-セリン 1.05 mg，L-グルタミン酸 1.47 mg，L-プロリン 1.15 mg，グリシン 0.75 mg，L-アラニン 0.89 mg，L-バリン 1.17 mg，L-2-アミノスベリン酸 1.89 mg，L-ロイシン 1.31 mg，L-チロジン 1.81 mg，塩酸 L-リジン 1.83 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 2.10 mg 及び塩酸 L-アルギニン 2.11 mg を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには構成する 14 種のアミノ酸のピークを認める．また，それぞれの構成するアミノ酸のアラニンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 1.7 ～ 2.2，トレオニンは 3.5 ～ 4.2，セリンは 2.4 ～ 3.0，グルタミン酸は 2.7 ～ 3.2，プロリンは 1.7 ～ 2.2，グリシンは 2.7 ～ 3.2，バリンは 1.6 ～ 2.2，2-アミノスベリン酸は 0.8 ～ 1.2，ロイシンは 4.5 ～ 5.2，チロジンは 0.7 ～ 1.2，リジンは 1.7 ～ 2.2，ヒスチジンは 0.8 ～ 1.2 及びアルギニンは 0.7 ～ 1.2 である．

操作条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm 及び 570 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 8 cm のステンレス管に 3 μm のスチレンジビニルベンゼン共重合体にスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：50 ～ 65 ℃ の範囲で変化させる．

化学反応槽温度：130 ℃ 付近の一定温度

発色時間：約 1 分

移動相：それぞれのナトリウムイオン濃度が 0.10 mol/L，0.135 mol/L，1.26 mol/L 及び 0.20 mol/L の緩衝液 A，緩衝液 B，緩衝液 C 及び緩衝液 D．ただし，緩衝液 A，緩衝液 B，緩衝液 C 及び緩衝液 D を用いてナトリウムイオン濃度として 0.10 mol/L から 1.26 mol/L まで段階的に変化させる．

	緩衝液の組成			
	A	B	C	D
クエン酸一水和物	8.85 g	7.72 g	6.10 g	—
クエン酸三ナトリウム二水和物	3.87 g	10.05 g	26.67 g	—
水酸化ナトリウム	—	—	2.50 g	8.00 g
塩化ナトリウム	3.54 g	1.87 g	54.35 g	—
エタノール（95）	60.0 mL	—	—	60.0 mL
チオジグリコール	5.0 mL	5.0 mL	—	—
精製水	適量	適量	適量	適量
全　量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 407 g，酢酸（100）245 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL を混和した後，水を加えて 2000 mL とし約 20 分間窒素を通じながらかき混ぜ，A 液とする．別に，1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL に，ニンヒドリン 77 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え，約 20 分間窒素を通じながらかき混ぜ，B 液とする．A 液及び B 液を使用前混和する．

移動相流量：アルギニンの保持時間が約 75 分になるように調整する．

反応試薬流量：毎分約 0.2 mL

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，バリン，2-アミノスベリン酸，ロイシン，チロジン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

純度試験

（1） 酢酸　本品 3 ～ 6 mg を 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で速やかに精密に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．別に酢酸（100）約 0.5 g を精密に量り，内標準溶液を加えて溶かし正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，酢酸の量は 7.0 % 以下である．

酢酸（CH_3COOH）の量（%）

$= (W_{ST} / W_{SA}) \times (Q_T / Q_S) \times 50$

W_{ST}：酢酸（100）の秤取量（g）

W_{SA}：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　クエン酸一水和物の水溶液（1 → 4000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 13.2 g を水 900 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

流量：酢酸の保持時間が約 4 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，クエン酸の順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

（2） 類縁物質　本品 1.0 mg をトリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液（2：1）1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.3 mL を正確に量り，トリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液（2：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエルカトニン以外の個々のピーク面積は，標準溶液のエルカトニンのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，試料溶液のエルカトニン以外のピーク

の合計面積は，標準溶液のエルカトニンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：トリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液（混合比を 85：15 から 30 分後に 55：45 になるようにする）

流量：エルカトニンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 2 mg をエルカトニン試験用トリプシン試液 200 μL に溶かす．この液を 37 ℃ で 1 時間加温し，その後，酢酸（100）1 滴を加え，95 ℃ で 1 分間加熱する．この液 10 μL に試料溶液 50 μL を加え，混ぜ合わせる．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エルカトニンのピークの直前に溶出するピークとエルカトニンのピークの分離度が 2.0 以上であり，かつ，エルカトニンの保持時間が約 25 分のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たエルカトニンのピーク高さが 50 ～ 200 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロマトグラム上に現れる濃度勾配が規則的に変化し続ける範囲

水　分 〈*2.48*〉　本品 1 ～ 3 mg を速やかに精密に量り，電量滴定法により試験を行うとき，水分は 8.0 % 以下である．ただし，秤量は 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で行う．

窒素含量　本品の 0.015 ～ 0.02 g を 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で速やかに量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，水分及び酢酸を除いたペプチドに対し，16.1 ～ 18.7 % である．

定 量 法

（ⅰ）　試験動物　体重 90 ～ 110 g の健康なスプラグ・ドゥリー系雄ラットを用い，試験前 3 日間以上飼育室で一定の飼料及び水を与えて飼育する．

（ⅱ）　エルカトニン用溶解液　酢酸ナトリウム三水和物 2.72 g に水を加えて溶かし 200 mL とし，ウシ血清アルブミン 0.2 g を加え酢酸（100）で pH が 6.0 になるように調整する．用時製する．

（ⅲ）　標準溶液　エルカトニン標準品にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし，その 1 mL 中に正確に 0.075 単位及び 0.0375 単位を含む溶液とし，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品の 0.5 ～ 2.0 mg を 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で速やかに精密に量り，エルカトニン用溶解液を加えて溶かし，その 1 mL 中に高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L に相当する単位を含む溶液を調製し，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ⅴ）　エルカトニン用除たん白液　トリクロロ酢酸 160 g 及び塩化ストロンチウム 30.6 g に水を加えて 3600 mL とする．

（ⅵ）　操作法　試験動物を 4 群に分け，各群は 10 匹以上で同数とする．各試験動物は注射前 18 ～ 24 時間飼料を与えないで，試験中は最後の採血が終わるまで水をも与えない．また，試験中は試験動物に強い刺激を与えないように注意して取り扱う．

投与は次に示すように標準溶液及び試料溶液を各試験動物の尾静脈に 1 匹当たり正確に 0.2 mL ずつ注射する．

第 1 群　S_H　　第 3 群　T_H

第 2 群　S_L　　第 4 群　T_L

注射 1 時間後，エーテル麻酔下で各試験動物の頸動脈及び頸静脈から試験を行うのに十分な量の血液をとり，この血液を遠心分離して血清を分取し，（ⅶ）によってその血清カルシウムを定量する．

（ⅶ）　血清カルシウム定量法　血清 0.3 mL を正確にとり，エルカトニン用除たん白液を加えて正確に 3 mL とし，よく振り混ぜた後遠心分離し，その上澄液をカルシウム定量用試料溶液とする．別に原子吸光光度用カルシウム標準液 1 mL を正確にとり，塩化ナトリウム溶液（17→ 2000）を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エルカトニン用除たん白液を加えて正確に 50 mL とし，カルシウム定量用標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法 〈*2.23*〉 により吸光度 A_T 及び A_S を測定する．また，水 1 mL をとり，以下標準溶液と同様に操作して得た液につき吸光度 A_0 を測定する．

血清 100 mL 中のカルシウム（Ca）の量（mg）

$$= 0.01 \times \{(A_T - A_0) / (A_S - A_0)\} \times 10 \times 100$$

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

（ⅷ）　計算法　（ⅶ）血清カルシウム定量法において，S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た血清 100 mL 中のカルシウムの量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

水分，酢酸を除いたペプチド 1 mg 当たりの単位数

$$= \text{antilog}\, M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times (b / a)$$

$$M = 0.3010 \times (Y_a / Y_b)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）×〔100 − {水分含量（%）＋ 酢酸含量（%）} / 100〕

b：試料にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし，高用量試料溶液を製した時の全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する表中の F より小さい．また，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.20 以下であ

る．もし，F' が F を，また L が 0.20 を越えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，あるいは実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2 / 4 f s^2$$

f：各群の試験動物の数

$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$

$\sum y^2$：各群の y_1, y_2, y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し合計した値

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

$n = 4(f - 1)$

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

$$C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4 f s^2 t^2)$$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2=F$	n	$t^2=F$	n	$t^2=F$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

保存条件　8 ℃ 以下で保存する．

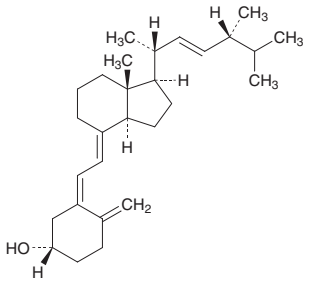
容　　器　気密容器．

エルゴカルシフェロール

Ergocalciferol

カルシフェロール

ビタミン D_2



$C_{28}H_{44}O$：396.65

(3*S*,5*Z*,7*E*,22*E*)-9,10-Secoergosta-5,7,10(19),22-tetraen-3-ol ［*50-14-6*］

本品は定量するとき，エルゴカルシフェロール（$C_{28}H_{44}O$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール (95)，ジエチルエーテル又はクロロホルムに溶けやすく，イソオクタンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって変化する．

融点：115 ～ 118 ℃　本品を毛細管に入れ，デシケーター（減圧・2.67 kPa 以下）で 3 時間乾燥した後，毛細管を直ちに融封し，予想した融点の約 10 ℃ 下の温度に加熱した浴中に入れ，1 分間に 3 ℃ 上昇するように加熱し，測定する．

確認試験

（1）　本品 0.5 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，無水酢酸 0.3 mL 及び硫酸 0.1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエルゴカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（265 nm）：455 ～ 485（10 mg，エタノール (95)，1000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+102 ～ +107°（0.3 g，エタノール (95)，20 mL，100 mm）．この試験は開封後 30 分以内に溶かし，溶液調製後 30 分以内に測定する．

純度試験　エルゴステロール　本品 10 mg をとり，薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かし，ジギトニン 20 mg を薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かした液を加え，18 時間放置するとき，沈殿を生じない．

定 量 法　本品及びエルゴカルシフェロール標準品約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれをイソオクタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 3 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶

液及び標準溶液 10～20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．ただし，操作はできるだけ空気又は他の酸化剤との接触を避け，遮光容器を用いて速やかに行う．

エルゴカルシフェロール（$C_{28}H_{44}O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：エルゴカルシフェロール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液（997：3）

流量：エルゴカルシフェロールの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：エルゴカルシフェロール標準品 15 mg をイソオクタン 25 mL に溶かす．この液をフラスコに移し，還流冷却器を付け，油浴中で 2 時間加熱し，速やかに室温まで冷却する．この液を石英試験管に移し，短波長ランプ（主波長 254 nm）及び長波長ランプ（主波長 365 nm）を用いて 3 時間照射する．この液 10 mL に移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エルゴカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミン D_2，トランス-ビタミン D_2 及びタチステロール$_2$ の保持時間の比は約 0.5，約 0.6 及び約 1.1 であり，また，プレビタミン D_2 とトランス-ビタミン D_2 及びエルゴカルシフェロールとタチステロール$_2$ の分離度はそれぞれ 0.7 以上及び 1.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

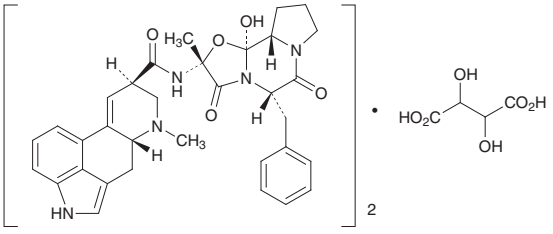
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

エルゴタミン酒石酸塩

Ergotamine Tartrate

酒石酸エルゴタミン



$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$：1313.41

(5′*S*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methylergotaman-3′,6′,18-trione hemitartrate ［*379-79-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，エルゴタミン酒石酸塩〔$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色～微黄白色若しくは灰白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けにくい．

融点：約 180 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 1 mg を酢酸（100）/酢酸エチル混液（1：1）10 mL に溶かし，この液 0.5 mL をとり，冷水中で振り混ぜながら硫酸 0.5 mL を加えて放置するとき，液は紫色を呈する．更にこの液に薄めた塩化鉄（Ⅲ）試液（1 → 12）0.1 mL を加えるとき，液の色は青色～青紫色に変わる．

（2）　本品 1 mg を酒石酸溶液（1 → 100）5 mL に溶かし，この液 1 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

旋光度〈2.49〉　エルゴタミン塩基〔α〕$_D^{20}$：－155 ～ －165°

本品 0.35 g をL-酒石酸溶液（1 → 100）25 mL に溶かし，炭酸水素ナトリウム 0.5 g を加えて穏やかに十分に振り混ぜ，エタノール不含クロロホルム 10 mL ずつで 4 回抽出する．各クロロホルム抽出液は順次，エタノール不含クロロホルムで潤した小ろ紙を用いて 50 mL のメスフラスコにろ過し，20 ℃ の水浴中に 10 分間放置した後，20 ℃ のエタノール不含クロロホルムを加えて 50 mL とする．この液につき，層長 100 mm で旋光度を測定する．別にこの液 25 mL を正確に量り，減圧，45 ℃ 以下で蒸発乾固する．残留物を酢酸（100）25 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.05 mol/L 過塩素酸の消費量と旋光度からエルゴタミン塩基の比旋光度を計算する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.08 mg $C_{33}H_{35}N_5O_5$

純度試験　類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 40 mg をL-酒石酸の薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 1000）10 mL に，よく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，L-酒石酸の薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 1000）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液に

つき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）/無水酢酸混液（50：3）15 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 32.84 mg $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯 法

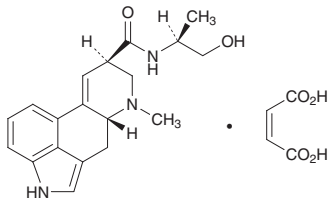
保存条件 遮光して，ほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して 5 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩

Ergometrine Maleate

マレイン酸エルゴメトリン



$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48

(8*S*)–*N*–[(1*S*)–2–Hydroxy–1–methylethyl]–6–methyl–9,10–didehydroergoline–8–carboxamide monomaleate

[*129–51–1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 185 ℃（分解）．

本品は光によって徐々に黄色となる．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）は青色の蛍光を発する．

（2） 本品 1 mg を水 5 mL に溶かし，この液 1 mL に 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜ，5 ～ 10 分間放置するとき，液は深青色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+48 ～ +57°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） エルゴタミン又はエルゴトキシン 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，沸騰するまで加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（3） 類縁物質 本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品 5.0 mg ずつをとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル及び希水酸化ナトリウム試液を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに *p*–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．また，試料溶液には，標準溶液のスポットに対応する位置以外にスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.2 g，シリカゲル，4 時間）．

定 量 法 本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 4 mL を正確に加え，45 ℃ で 10 分間加温した後，室温で 20 分間放置する．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩錠

Ergometrine Maleate Tablets

マレイン酸エルゴメトリン錠

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48）を含む．

製 法 本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」3 mg に対応する量をとり，温湯 15 mL を加えて振り混ぜ，ろ過するとき，ろ液は青色の蛍光を発する．また，このろ液につき，「エルゴメトリンマレイン酸塩」の確認試験（2）及び（3）を準用する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり，1 mL 中にエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 40 μg を含む液となるように L–酒石酸溶液（1 → 100）V mL を正確に加え，密栓して 30 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 4 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 8 mL を正確に加え，振り混ぜた後，常温で 1 時間放置する．これらの液につき，水 4 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 2 mg に対応する量を精密に量り，ガラスろ過器（G4）に入れ，L–酒石酸溶液（1 → 100）10 mL を加え，よくかき混ぜながらろ過する．更に同様の操作を 3 回繰り返し，全ろ液を合わせ，L–酒石酸溶液（1 → 100）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 2 mg を精密に量り，L–酒石酸溶液（1 → 100）に溶かし正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL を正確に量り，以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」の定量法を準用する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩注射液

Ergometrine Maleate Injection
マレイン酸エルゴメトリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48）を含む．

製　法　本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：2.7 ～ 3.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」3 mg に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 15 mL とし，試料溶液とする．試料溶液は青色の蛍光を発する．

（2）（1）の試料溶液 1 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL で抽出する．ジエチルエーテル抽出液に希硫酸 1 mL を加えて振り混ぜた後，水浴上でジエチルエーテルを留去し，冷後，残留液に 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加え，5 ～ 10 分間放置するとき，液は深青色を呈する．

（3）（1）の試料溶液 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，この液に塩化ナトリウムを 1 mL につき 0.3 g の割合で加え，次にジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，振り混ぜて抽出する．更にジエチルエーテル 15 mL ずつで 3 回抽出し，全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム 5 g を加え，脱脂綿を用いてろ過し，ジエチルエーテル 5 mL ずつで 3 回洗う．洗液をろ液に合わせ，希硫酸 5 mL を加えて振り混ぜた後，加温しながら窒素を送りジエチルエーテルを留去する．残留液に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 2 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」の定量法を準用する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

塩化亜鉛
Zinc Chloride

$ZnCl_2$：136.32

本品は定量するとき，塩化亜鉛（$ZnCl_2$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末，棒状又は塊で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすいが，わずかに混濁することがある．この混濁は塩酸少量を加えるとき澄明となる．

本品 1.0 g を水 2 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 5.3 である．

本品は潮解性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 30）は亜鉛塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水 10 mL 及び塩酸 2 滴を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（3）　アンモニウム　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）10 mL を加えて加温するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4）　重金属　本品 0.5 g をネスラー管にとり，水 5 mL に溶かし，シアン化カリウム試液 15 mL を加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，5 分間後に白色の背景を用いて上方から直ちに観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：鉛標準液 2.5 mL に水 3 mL 及びシアン化カリウム試液 15 mL を加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 1 滴を加える（50 ppm 以下）．

（5）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 2.0 g を水 120 mL に溶かし，硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ，水を加えて 200 mL とし，よく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 100 mL をとり，硫酸 3 滴を加え，蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで 600 ℃ で強熱するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（7）　オキシ塩化物　本品 0.25 g に水 5 mL 及びエタノール（95）5 mL を加え，穏やかに振り混ぜ，1 mol/L 塩酸 0.30 mL を加えるとき，液は澄明である．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，希塩酸 0.4 mL 及び水を加えて溶かし正確に 200 mL とし，この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 1.363 mg $ZnCl_2$

貯 法 容 器　気密容器．

塩化インジウム（^{111}In）注射液
Indium（^{111}In）Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はインジウム-111 を塩化インジウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準の塩化インジウム（^{111}In）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色澄明の液である．

塩化カリウム
Potassium Chloride

KCl：74.55

本品を乾燥したものは定量するとき，塩化カリウム（KCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は塩辛い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 50）はカリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 5.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を正確に加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　臭化物　本品 1.0 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に希塩酸 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加え，トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 3 滴を振り混ぜながら滴加するとき，クロロホルム層は黄色～黄赤色を呈しない．

（4）　ヨウ化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜ，30 分間放置し，再び振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 4.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（6）　カルシウム又はマグネシウム　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL，シュウ酸アンモニウ

ム試液 2 mL 及びリン酸水素二ナトリウム試液 2 mL を加え，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ナトリウム　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，130 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 7.455 mg KCl

貯 法 容 器 気密容器．

塩化カルシウム水和物

Calcium Chloride Hydrate

塩化カルシウム

$CaCl_2 \cdot 2H_2O$：147.01

本品は定量するとき，塩化カルシウム水和物（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$）96.7 ～ 103.3 % を含む．

性 状 本品は白色の粒又は塊で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は潮解性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）はカルシウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 9.2 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 次亜塩素酸塩　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 2 ～ 3 滴及びヨウ化亜鉛デンプン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 鉄，アルミニウム又はリン酸塩　本品 1.0 g をネスラー管にとり，水 20 mL 及び希塩酸 1 滴を加えて溶かした後に煮沸する．冷後，アンモニア試液 3 滴を加え，沸騰するまで加熱するとき，液は混濁又は沈殿を生じない．

（6） バリウム　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 2 滴及び硫酸カリウム試液 2 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 40 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え，更に NN 指示薬 0.1 g を加えた後，直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.940 mg $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

塩化カルシウム注射液

Calcium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応する塩化カルシウム（$CaCl_2$：110.98）を含む．

本品の濃度は塩化カルシウム（$CaCl_2$）の量で表示する．

製 法 本品は「塩化カルシウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はカルシウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 4.5 ～ 7.5

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.30 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の塩化カルシウム（$CaCl_2$）約 0.4 g に対応する容量を正確に量り，以下「塩化カルシウム水和物」の定量法を準用する．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.220 mg $CaCl_2$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

塩化タリウム（^{201}Tl）注射液

Thallium（^{201}Tl）Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はタリウム-201 を塩化第一タリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準の塩化タリウム（^{201}Tl）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

塩化ナトリウム

Sodium Chloride

食塩

NaCl：58.44

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し塩化ナトリウム（NaCl）99.0 ～ 100.5 % を含む．

◆**性 状** 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

◆（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．◆

（2） 酸又はアルカリ 本品 20.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.1 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 0.5 mL を加えるとき，液の色は黄色である．また，試料溶液 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.1 mL 及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL を加えるとき，液の色は青色である．

（3） 硫酸塩 （2）の試料溶液 7.5 mL に水を加えて 30 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム 0.181 g を薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4.5 mL に塩化バリウム二水和物溶液（1 → 4）3 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液 2.5 mL に試料溶液 15 mL 及び酢酸（31）0.5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム 0.181 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（4） リン酸塩 （2）の試料溶液 2.0 mL に 2 mol/L 硫酸試液 5 mL 及び水を加えて 100.0 mL とし，これに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 4 mL 及び塩化スズ（Ⅱ）・塩酸試液 0.1 mL を加え，10 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：リン酸標準液 1.0 mL に 2 mol/L 硫酸試液 12.5 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とする．この液 100 mL に七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 4 mL 及び塩化スズ（Ⅱ）・塩酸試液 0.1 mL を加え，以下同様に操作する．

（5） 臭化物 （2）の試料溶液 0.50 mL に水 4.0 mL，希フェノールレッド試液 2.0 mL 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（1 → 10000）1.0 mL を加え，直ちに混和する．2 分間放置後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 0.15 mL を加えて混和した後，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に臭化カリウム溶液（3 → 1000000）5.0 mL をとり，希フェノールレッド試液 2.0 mL 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（1 → 10000）1.0 mL を加え，直ちに混和する．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 590 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

（6） ヨウ化物 本品 5 g に新たに製したデンプン試液/0.5 mol/L 硫酸試液/亜硝酸ナトリウム試液混液（1000：40：3）0.15 mL を滴加して潤し，5 分間放置し，直射日光下で観察するとき，青色を呈しない．

（7） フェロシアン化合物 本品 2.0 g を水 6 mL に溶かし，硫酸鉄（Ⅱ）七水和物溶液（1 → 100）/硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物の薄めた硫酸（1 → 400）溶液（1 → 100）混液（19：1）0.5 mL を加えるとき，液は 10 分以内に青色を呈しない．

◆（8） 重金属〈*1.07*〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（3 ppm 以下）．◆

（9） 鉄 （2）の試料溶液 10 mL にクエン酸一水和物溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，アンモニア試液でアルカリ性とした後，水を加えて 20 mL とする．5 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：鉄標準液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 mL にクエン酸一水和物溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，以下同様に操作する．

(10) バリウム （2）の試料溶液 5.0 mL に水 5.0 mL 及び希硫酸 2.0 mL を加え，2 時間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：（2）の試料溶液 5.0 mL に水 7.0 mL を加え，2 時間放置する．

(11) マグネシウム及びアルカリ土類金属 水 200 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.1 g，pH 10 の塩化アンモニウム緩衝液 10 mL，0.1 mol/L 硫酸亜鉛液 1 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.2 g を加え，40 ℃ に加温する．この液に 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を液の赤紫色が青紫色になるまで滴加する．この液に本品 10.0 g を水 100 mL に溶かした液及び 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 2.5 mL を加えるとき，液の色は青紫色である．

◆(12) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．◆

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品約 50 mg を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

◆貯 法 容 器 気密容器.◆

10% 塩化ナトリウム注射液
10% Sodium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，塩化ナトリウム（NaCl：58.44）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む.

製 法

塩化ナトリウム	100 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する.

性 状 本品は無色澄明の液で，塩味がある.

本品は中性である.

確認試験 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

エンドトキシン〈*4.01*〉 3.6 EU/mL 未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）.

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

塩酸
Hydrochloric Acid

本品は定量するとき，塩化水素（HCl：36.46）35.0 ～ 38.0 % を含む.

性 状 本品は無色の液で，刺激性のにおいがある.

本品は発煙性であるが，2 倍容量の水で薄めると，発煙性はなくなる.

比重 d_{20}^{20}：約 1.18

確認試験

（1） 本品の液面にアンモニア試液で潤したガラス棒を近づけるとき，濃い白煙を生じる.

（2） 本品の水溶液（1 → 100）は青色リトマス紙を赤変し，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 硫酸塩 本品 15 mL に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3.0 mL に水 5 mL 及び塩化バリウム試液 5 滴を加え，1 時間放置するとき，液は混濁しない.

（2） 亜硫酸塩 （1）の試料溶液 3.0 mL に水 5 mL 及びヨウ素試液 1 滴を加えるとき，試液の色は消えない.

（3） 臭化物又はヨウ化物 （1）の試料溶液 10 mL を共栓試験管にとり，クロロホルム 1 mL 及び 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 滴を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない.

（4） 臭素又は塩素 （1）の試料溶液 10 mL を共栓試験管にとり，ヨウ化カリウム試液 5 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて 1 分間振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈しない.

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）.

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.7 mL をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）.

（7） 水銀 本品 20 mL に水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法〈*2.23*〉（冷蒸気方式）により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 8 mL をとり，水を加えて正確に 100 mL とした液につき，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度を A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.04 ppm 以下）.

強熱残分〈*2.44*〉 本品 10 mL を正確に量り，硫酸 2 滴を加えて蒸発乾固し，更に強熱するとき，残分は 1.0 mg 以下である.

定 量 法 共栓フラスコに水 20 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 3 mL を加えて再び精密に量る．次に水 25 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 ～ 3 滴）.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 36.46 mg HCl

貯 法 容 器 気密容器.

希塩酸
Dilute Hydrochloric Acid

本品は定量するとき，塩化水素（HCl：36.46）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む.

性 状 本品は無色の液で，においはなく，強い酸味がある.

比重 d_{20}^{20}：約 1.05

確認試験 本品の水溶液（1 → 30）は青色リトマス紙を赤変し，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 硫酸塩 本品 3.0 mL に水 5 mL 及び塩化バリウム試液 5 滴を加え，1 時間放置するとき，液は混濁しない.

（2） 亜硫酸塩 本品 3.0 mL に水 5 mL 及びヨウ素試液 1 滴を加えるとき，試液の色は消えない.

（3） 臭化物又はヨウ化物 本品 10 mL を共栓試験管にとり，クロロホルム 1 mL 及び 0.002 mol/L 過マンガン酸カ

リウム液 1 滴を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．

（4） 臭素又は塩素　本品 10 mL を共栓試験管にとり，ヨウ化カリウム試液 5 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて 1 分間振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈しない．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 9.5 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（3 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉　本品 4.0 mL をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（0.5 ppm 以下）．

（7） 水銀　本品 80 mL に水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法〈*2.23*〉（冷蒸気方式）により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 8 mL をとり，水を加えて正確に 100 mL とした液につき，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度を A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.01 ppm 以下）．

強熱残分〈*2.44*〉　本品 10 mL を正確に量り，硫酸 2 滴を加えて蒸発乾固し，更に強熱するとき，残分は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　本品 10 mL を正確に量り，水 20 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 ～ 3 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 36.46 mg HCl

貯 法 容 器　気密容器．

塩酸リモナーデ

Hydrochloric Acid Lemonade

製 法

希 塩 酸	5 mL
単シロップ	80 mL
精 製 水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，リモナーデ剤の製法により用時製する．

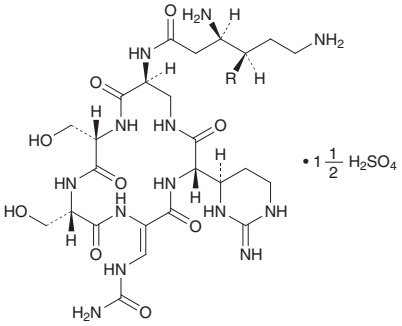
性 状　本品は無色澄明の液で，甘味及び清涼な酸味がある．

貯 法 容 器　気密容器．

エンビオマイシン硫酸塩

Enviomycin Sulfate

硫酸エンビオマイシン



ツベラクチノマイシン N：R = OH
ツベラクチノマイシン O：R = H

ツベラクチノマイシン N 硫酸塩
$C_{25}H_{43}N_{13}O_{10}\cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$：832.81
ツベラクチノマイシン O 硫酸塩
$C_{25}H_{43}N_{13}O_9\cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$：816.81

ツベラクチノマイシン N 硫酸塩
(3*R*,4*R*)-*N*-[(3*S*,9*S*,12*S*,15*S*)-9,12-Bis(hydroxymethyl)-3-[(4*R*)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2,5,8,11,14-pentaoxo-6-(*Z*)-ureidomethylene-1,4,7,10,13-pentaazacyclohexadec-15-yl]-3,6-diamino-4-hydroxyhexanamide sesquisulfate
[*33103-22-9*，ツベラクチノマイシン N]

ツベラクチノマイシン O 硫酸塩
(3*S*)-*N*-[(3*S*,9*S*,12*S*,15*S*)-9,12-Bis(hydroxymethyl)-3-[(4*R*)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2,5,8,11,14-pentaoxo-6-(*Z*)-ureidomethylene-1,4,7,10,13-pentaazacyclohexadec-15-yl]-3,6-diaminohexanamide sesquisulfate
[*33137-73-4*，ツベラクチノマイシン O]

本品は，***Streptomyces griseoverticillatus*** var. ***tuberacticus*** の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 770 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ツベラクチノマイシン N（$C_{25}H_{43}N_{13}O_{10}$：685.69）としての量を質量（力価）で示す．

性 状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL に水酸化ナトリウム試液 1.5 mL を加え，更に，硫酸銅（Ⅱ）試液 3 mL に 0.01 mol/L クエン酸試液を加えて 100 mL とした液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 20）2 mL に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：−16 ～ −22°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

成分含量比 本品 0.1 g を水に溶かして 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，自動積分法によりツベラクチノマイシン N 及びツベラクチノマイシン O（ツベラクチノマイシン N に対する相対保持時間 1.4±0.4）のピーク面積 A_{T1} 及び A_{T2} を測定するとき，$A_{T2}/(A_{T1}+A_{T2})$ は 0.090 ～ 0.150 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム試液/1,4−ジオキサン/テトラヒドロフラン/水/アンモニア水（28）混液（100：75：50：23：2）

流量：ツベラクチノマイシン N の保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，ツベラクチノマイシン N，ツベラクチノマイシン O の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ツベラクチノマイシン N のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

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

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 4.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

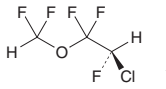
（iii） 標準溶液 エンビオマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，10 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 400 μg（力価）及び 100 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 400 μg（力価）及び 100 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

エンフルラン

Enflurane



及び鏡像異性体

$C_3H_2ClF_5O$：184.49

(2*RS*)−2−Chloro−1−(difluoromethoxy)−1,1,2−trifluoroethane

［*13838−16−9*］

性状 本品は無色澄明の液である．

本品は水に溶けにくい．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は揮発性で引火性はない．

本品は旋光性を示さない．

沸点：54 ～ 57 ℃

確認試験

（1） 本品 50 μL をとり，水 40 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

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

屈折率〈2.45〉 n_D^{20}：1.302 ～ 1.304

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.520 ～ 1.540

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 60 mL に新たに煮沸して冷却した水 60 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の色は紫色である．また，試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.06 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 20 g をとり，水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．この液 10 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.001 % 以下）．

（3） 類縁物質 本品 5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，試料注入直後の空気のピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，エンフルラン以外の物質の量は 0.10 % 以下である．

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m の管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：エンフルランの保持時間が約 3 分になるように調整する．
面積測定範囲：エンフルランの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性
検出の確認：本品 1 mL を正確に量り，2-プロパノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，2-プロパノールを加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，2-プロパノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たエンフルランのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のエンフルランのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：エンフルラン 5 mL と 2-プロパノール 5 mL を混和する．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，エンフルラン，2-プロパノールの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エンフルランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

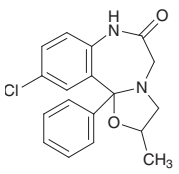
（4） 蒸発残留物　本品 65 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

水　分 〈*2.48*〉 0.10 % 以下（10 g，容量滴定法，直接滴定）．

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

オキサゾラム

Oxazolam



$C_{18}H_{17}ClN_2O_2$：328.79
10-Chloro-2-methyl-11b-phenyl-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one ［*24143-17-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサゾラム（$C_{18}H_{17}ClN_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，1,4-ジオキサン又はジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 187 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g にエタノール（95）10 mL を加え，加熱して溶かした後，塩酸 1 滴を加えるとき，液は淡黄色を呈し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．また，この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液の色及び蛍光は直ちに消える．

（2） 本品 0.01 g をとり，希塩酸 5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱して溶かし，冷却する．この液 1 mL は芳香族第一アミンの定性反応 〈*1.09*〉 を呈する．

（3） 本品 2 g を 200 mL のフラスコに量り，エタノール（95）50 mL 及び 6 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え，還流冷却器を付け 5 時間加熱還流する．冷後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 4）で中和した後，ジクロロメタン 30 mL で抽出する．抽出液に無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水し，ろ過した後，ジクロロメタンを留去する．残留物にメタノール 20 mL を加え水浴上で加熱して溶かした後，氷水中で急冷する．析出した結晶をろ取し，減圧，60 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点 〈*2.60*〉 は 96 ～ 100 ℃ である．

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

（5） 本品につき，炎色反応試験（2） 〈*1.04*〉 を行うとき，緑色を呈する．

吸光度 〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（246nm）：410 ～ 430（乾燥後，1mg，エタノール（95），100 mL）．

純度試験

（1） 塩化物 〈*1.03*〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素 〈*1.11*〉 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ，硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，穏やかに加熱する．更に時々硝酸 2 ～ 3 mL ずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とし，この液を検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.05 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 に

より試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにトルエン/アセトン混液（8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.65 g を精密に量り，酢酸(100)/1,4-ジオキサン混液（1：1）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.88 mg $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$

貯 法

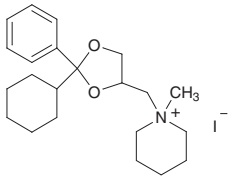
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキサピウムヨウ化物

Oxapium Iodide

ヨウ化オキサピウム



$C_{22}H_{34}INO_2$：471.42

1-(2-Cyclohexyl-2-phenyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-1-methylpiperidinium iodide ［*6577-41-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサピウムヨウ化物（$C_{22}H_{34}INO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，水，無水酢酸又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かし，希硝酸 2 mL 及び硝酸銀試液 2 mL を加えるとき，帯緑黄色の沈殿を生じる．

融 点〈*2.60*〉 198 ～ 203 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.05 g を水/アセトニトリル混液（1：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のオキサピウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のオキサピウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ～ 30 ℃ の一定温度

移動相：酢酸（100）57 mL 及びトリエチルアミン 139 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液 50 mL にアセトニトリル 500 mL，希酢酸 10 mL 及び水 440 mL を加える．

流量：オキサピウムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.05 g 及びベンゾフェノン 3 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，オキサピウム，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たオキサピウムのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 15 % になるように調整する．

面積測定範囲：ヨウ化物イオンのピークの後からオキサピウムの保持時間の約 6 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（9：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法，白金電極）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 47.14 mg $C_{22}H_{34}INO_2$

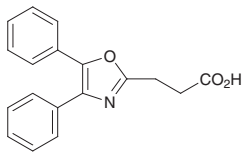
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキサプロジン

Oxaprozin



$C_{18}H_{15}NO_3$：293.32

3-(4,5-Diphenyloxazol-2-yl)propanoic acid ［*21256-18-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサプロジン（$C_{18}H_{15}NO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

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

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（285 nm）：455 ～ 495（乾燥後，10 mg，メタノール，1000 mL）．

融　点〈*2.60*〉　161 ～ 165 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）5 mL，3 mL 及び 1 mL をそれぞれ正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，それぞれ標準溶液（2），（3）及び（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液並びに標準溶液（1），（2），（3）及び（4）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）混液（99：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射し，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液（1），（2），（3）及び（4）より得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，主スポット以外に検出されるものの総和は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 29.33 mg $C_{18}H_{15}NO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

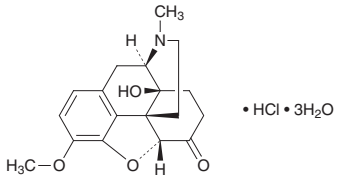
容　　器　気密容器．

オキシコドン塩酸塩水和物

Oxycodone Hydrochloride Hydrate

塩酸オキシコドン

オキシコドン塩酸塩



$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：405.87

(5*R*)-4,5-Epoxy-14-hydroxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-one monohydrochloride trihydrate ［*124-90-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，オキシコドン塩酸塩（$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$：351.82）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 5.8 である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－140 ～ －149°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　モルヒネ　本品 10 mg を水 1 mL に溶かし，1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL 及び硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（3）　コデイン　本品 10 mg を硫酸 5 mL に溶かし，塩

化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えて加温するとき，液は青色を呈しない．また，硝酸を 1 滴加えるとき，液は赤色を呈しない．

（4） テバイン　本品 0.10 g を薄めた塩酸（1 → 10）2 mL に溶かし，水浴中で 25 分間加熱し，冷後，塩酸 4-アミノアンチピリン試液 0.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（1 → 100）0.5 mL を加えて振り混ぜ，次にアンモニア試液 2 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤色を呈しない．

水　分〈*2.48*〉 12 ～ 15 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.18 mg $C_{18}H_{21}NO_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

複方オキシコドン注射液

Compound Oxycodone Injection

複方ヒコデノン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87）0.74 ～ 0.86 w/v% 及びヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O：275.73）0.18 ～ 0.22 w/v% を含む．

製　法

オキシコドン塩酸塩水和物	8 g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2 g
注 射 用 水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 4.0

確認試験

（1） 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる（オキシコドン）．

（2） 本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は黄色を呈し，加熱するとき，赤色に変わり，次に濃だいだい赤色に変わる（ヒドロコタルニン）．

（3） 本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 3 mL に溶かし，タンニン酸のエタノール（95）溶液（1 → 20）2 滴を加えて放置するとき，液は濃緑色を呈する（ヒドロコタルニン）．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 ℃ で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$）の量（mg）

$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 1.1536 \times (1 / 25)$

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O）の量（mg）

$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 1.0699 \times (1 / 25)$

W_{Sa}：脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量（mg）

W_{Sb}：定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量（mg）

内標準溶液　フェナセチン 0.02 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加えて混和する．

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オキシコドン，ヒドロコタルニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

複方オキシコドン・アトロピン注射液

Compound Oxycodone and Atropine Injection

ヒコアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87）0.74 ～ 0.86 w/v%，ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O：275.73）0.18 ～ 0.22 w/v% 及びアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O：694.83〕0.027 ～ 0.033 w/v% を含む．

製　法

オキシコドン塩酸塩水和物	8　g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2　g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3　g
注射用水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 4.0

確認試験

（1）　本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる（オキシコドン）．

（2）　本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は黄色を呈し，加熱するとき，赤色に変わり，次に濃だいだい赤色に変わる（ヒドロコタルニン）．

（3）　本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 3 mL に溶かし，タンニン酸のエタノール（95）溶液（1 → 20）2 滴を加えて放置するとき，液は濃緑色を呈する（ヒドロコタルニン）．

（4）　本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 0.5 mL を加え，1 時間放置した後，遠心分離する．上澄液をとり，アセトンを沈殿が生じなくなるまで加え，20 分間放置した後，再び遠心分離する．上澄液に液が淡紫色を呈するまで水酸化カリウム試液を加え，ジクロロメタン 5 mL を加えて振り混ぜた後，ジクロロメタン液を分取し，この液 0.5 mL を水浴上で蒸発乾固する．残留物に発煙硝酸 5 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL を加えて溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する（アトロピン）．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　オキシコドン塩酸塩水和物及びヒドロコタルニン塩酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 ℃ で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$）の量（mg）

$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 1.1536 \times (1 / 25)$

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O）の量（mg）

$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 1.0699 \times (1 / 25)$

W_{Sa}：脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量（mg）

W_{Sb}：定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量（mg）

内標準溶液　フェナセチン 0.02 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加えて混和する．

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オキシコドン，ヒドロコタルニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

（2）　アトロピン硫酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 1.0276$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 1.5 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム．

流量：アトロピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

貯　法

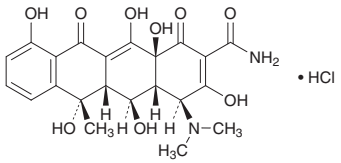
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

オキシテトラサイクリン塩酸塩

Oxytetracycline Hydrochloride

塩酸オキシテトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$：496.89

(4*S*, 4a*R*, 5*S*, 5a*R*, 6*S*, 12a*S*)-4-Dimethylamino-3, 5, 6, 10, 12, 12a-hexahydroxy-6-methyl-1, 11-dioxo-1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride ［*2058-46-0*］

本品は，*Streptomyces rimosus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 880 ～ 945 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，オキシテトラサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_9$：460.43）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 20 mg を水 3 mL に溶かし，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：−188 ～ −200°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に 4-エピオキシテトラサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，4-エピオキシテトラサイクリン原液とする．また，塩酸テトラサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，塩酸テトラサイクリン原液とする．更に β-アポオキシテトラサイクリン 8 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，β-アポオキシテトラサイクリン原液とする．4-エピオキシテトラサイクリン原液 1 mL，塩酸テトラサイクリン原液 4 mL 及び β-アポオキシテトラサイクリン原液 40 mL をそれぞれ正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の 4-エピオキシテトラサイクリン及びテトラサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくなく，試料溶液のオキシテトラサイクリンに対する相対保持時間が約 2.1 の α-アポオキシテトラサイクリンのピーク及び β-アポオキシテトラサイクリンのピーク並びにその間にあるピークの合計面積は，標準溶液の β-アポオキシテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の主ピークの後に溶出する 2-アセチル-2-デカルボキサミドオキシテトラサイクリンのピーク面積は，標準溶液の 4-エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 8 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.33 mol/L リン酸二水素カリウム試液 60 mL，硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液（1 → 100）100 mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1 → 2500）10 mL 及び水 200 mL を混和し，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 7.5 に調整する．更に *t*-ブチルアルコール 30 g を加え，水を加えて 1000 mL とする．

移動相 B：0.33 mol/L リン酸二水素カリウム試液 60 mL，硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液（1 →

100）50 mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1 → 2500）10 mL 及び水 200 mL を混和し，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 7.5 に調整する．更に *t*–ブチルアルコール 100 g を加え，水を加えて 1000 mL とする．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 20	70 → 10	30 → 90
20 ～ 35	10 → 20	90 → 80

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオキシテトラサイクリンの保持時間の約 3.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：4–エピオキシテトラサイクリン原液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得た 4–エピオキシテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液の 4–エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：α–アポオキシテトラサイクリン 8 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし，α–アポオキシテトラサイクリン原液とする．試料溶液 3 mL，4–エピオキシテトラサイクリン原液 2 mL，塩酸テトラサイクリン原液 6 mL，β–アポオキシテトラサイクリン原液 6 mL 及び α–アポオキシテトラサイクリン原液 6 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4–エピオキシテトラサイクリン，オキシテトラサイクリン，テトラサイクリン，α–アポオキシテトラサイクリン，β–アポオキシテトラサイクリンの順に溶出し，4–エピオキシテトラサイクリンとオキシテトラサイクリン，オキシテトラサイクリンとテトラサイクリン及び α–アポオキシテトラサイクリンと β–アポオキシテトラサイクリンの分離度は，それぞれ 4 以上，5 以上及び 4 以上であり，オキシテトラサイクリンのピークのシンメトリー係数は 1.3 以下である．

システムの再現性：4–エピオキシテトラサイクリン原液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，4–エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めた塩酸（1 → 100）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めたメタノール（3 → 20）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，それぞれの液のオキシテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

オキシテトラサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_9$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：263 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.402 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 9.306 g を水 700 mL に溶かし，メタノール 300 mL を加えた後，希塩酸を加えて pH を 4.5 に調整する．

流量：オキシテトラサイクリンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，オキシテトラサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

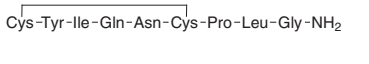
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキシトシン

Oxytocin



$C_{43}H_{66}N_{12}O_{12}S_2$：1007.19

［*50–56–6*］

本品は合成された子宮収縮成分の作用を持つペプチドである．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱酢酸物 1 mg 当たり 540 ～ 600 オキシトシン単位を含む．

性 状 本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は塩酸試液に溶ける．

本品 0.10 g を新たに煮沸し冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

構成アミノ酸 本品約 1 mg を加水分解用試験管にとり，6 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，窒素置換後，減圧下密封し，110 ～ 115 ℃ で 16 時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧で蒸発乾固し，残留物を 0.02 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-アスパラギン酸約 27 mg，L-トレオニン約 24 mg，L-セリン約 21 mg，L-グルタミン酸約 29 mg，L-プロリン約 23 mg，グリシン約 15 mg，L-アラニン約 18 mg，L-バリン約 23 mg，L-シスチン約 48 mg，メチオニン約 30 mg，L-イソロイシン約 26 mg，L-ロイシン約 26 mg，L-チロジン約 36 mg，フェニルアラニン約 33 mg，塩酸 L-リジン約 37 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物約 42 mg 及び塩酸 L-アルギニン約 42 mg をそれぞれ精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの構成するアミノ酸のロイシンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 0.95 ～ 1.05，グルタミン酸は 0.95 ～ 1.05，プロリンは 0.95 ～ 1.05，グリシンは 0.95 ～ 1.05，イソロイシンは 0.80 ～ 1.10，チロジンは 0.80 ～ 1.05 及びシスチンは 0.80 ～ 1.05 で，他のアミノ酸は，それぞれ 0.01 以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm 及び 570 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 8 cm のステンレス管に 3 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（ナトリウム型）を充てんする．

カラム温度：57 ℃ 付近の一定温度

化学反応槽温度：130 ℃ 付近の一定温度

発色時間：約 1 分

移動相：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C を次の表に従って調製する．

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	19.80 g	22.00 g	6.10 g
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19 g	7.74 g	26.67 g
塩化ナトリウム	5.66 g	7.07 g	54.35 g
エタノール（99.5）	260.0 mL	20.0 mL	−
ベンジルアルコール	−	−	5.0 mL
チオジグリコール	5.0 mL	5.0 mL	−
ラウロマクロゴール溶液（1 → 4）	4.0 mL	4.0 mL	4.0 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量
全 量	2000 mL	1000 mL	1000 mL
pH	3.3	3.2	4.9

移動相の送液：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）	移動相 C（vol%）
0 ～ 9	100	0	0
9 ～ 25	0	100	0
25 ～ 61	0	100 → 0	0 → 100
61 ～ 80	0	0	100

反応試液：酢酸リチウム二水和物 407 g，酢酸（100）245 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL を混和した後，水を加えて 2000 mL とし，窒素を 10 分間以上通じながらかき混ぜ，A 液とする．別に，1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL に，ニンヒドリン 77 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え，窒素を 30 分間以上通じながらかき混ぜ，B 液とする．A 液及び B 液を用時混和する．

移動相流量：毎分約 0.26 mL

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，バリン，シスチン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，トレオニンとセリン，グリシンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度はそれぞれ 1.5，1.4 及び 1.2 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，アスパラギン酸，プロリン，バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 酢酸 本品約 15 mg を精密に量り，内標準溶液に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸（100）約 1 g を精密に量り，内標準溶液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積

に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，酢酸の量は 6.0 ～ 10.0 % である．

酢酸（$C_2H_4O_2$）の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：酢酸（100）の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロピオン酸の移動相溶液（1 → 10000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸 0.7 mL に水 900 mL を加え，8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とした液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．
流量：酢酸の保持時間が約 3 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に溶出し，その分離度は 14 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2） 類縁物質　本品 25 mg を移動相 A 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらのピーク面積を求めるとき，オキシトシン以外のそれぞれのピークの量は 1.5 % 以下である．また，オキシトシン以外のピークの合計量は 5.0 % 以下である．
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相，移動相の送液及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：オキシトシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 50 μL から得たオキシトシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のオキシトシンのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．
システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり，移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.1 mg を含む液を調整する．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は 14 以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　5.0 % 以下（50 mg，電量滴定法）．

定 量 法　本品約 13000 単位に対応する量を精密に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にオキシトシン標準品 1 バイアルを移動相 A に溶かし，1 mL 中に約 130 単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のオキシトシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の脱水及び脱酢酸物 1 mg 中の単位数
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 100$

W_S：標準溶液 1 mL 中の単位数
W_T：脱水及び脱酢酸物に換算した本品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす．
移動相 B：水/アセトニトリル混液（1：1）
移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	70 → 40	30 → 60
30 ～ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ～ 45	70	30

流量：毎分 1.0 mL
システム適合性
システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり，移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.1 mg を含む液を調整する．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は 14 以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　2 ～ 8 ℃ で保存する．
容　　器　気密容器．

オキシトシン注射液
Oxytocin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたオキシトシン単位の 90.0 ～ 110.0 % を含む．

製　法　本品は「オキシトシン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH〈*2.54*〉　2.5 ～ 4.5

エンドトキシン〈*4.01*〉　10 EU/オキシトシン単位未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，希釈液を加えて 1 mL 中に約 1 単位を含む溶液を調製し，試料溶液とする．別にオキシトシン標準品 1 バイアルを移動相 A に溶かし，正確に 20 mL とする．この液の適量を正確に量り，希釈液を加えて 1 mL 中に約 1 単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のオキシトシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 mL 中の単位数 = $W_S \times (A_T / A_S) \times (b / a)$

W_S：標準溶液 1 mL 中の単位数

a：本品の秤取量（mL）

b：希釈液を加えて試料溶液を調製したときの全容量（mL）

希釈液：クロロブタノール 5 g，酢酸ナトリウム三水和物 1.1 g，酢酸（100）5 g 及びエタノール（99.5）6 mL を水に溶かし，1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす．

移動相 B：水/アセトニトリル混液（1：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	70 → 40	30 → 60
30 ～ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ～ 45	70	30

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：オキシトシン及びバソプレシンを適量とり，移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.02 mg を含む液を調整する．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は 14 以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

オキシドール
Oxydol

本品は定量するとき，過酸化水素（H_2O_2：34.01）2.5 ～ 3.5 w/v% を含む．本品は適当な安定剤を含む．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又はオゾンようのにおいがある．

本品を放置するか，又は強く振り動かすとき，徐々に分解する．

本品は酸化剤又は還元剤と接触するとき，速やかに分解する．

本品はアルカリ性にするとき，激しく泡だって分解する．

本品は光によって変化する．

pH：3.0 ～ 5.0

比重　d_{20}^{20}：約 1.01

確認試験　本品 1 mL は過酸化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 25.0 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.5 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 mL に水 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL を加え，加熱して溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　有機安定剤　本品 100 mL をとり，クロロホルム/ジエチルエーテル混液（3：2）50 mL，25 mL 及び 25 mL で抽出し，全抽出液を合わせ，質量既知の容器に入れ，水浴上で加熱してジエチルエーテル及びクロロホルムを留去し，残留物をデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 50 mg 以下である．

（5）　蒸発残留物　本品 20.0 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

定 量 法　本品 1.0 mL を正確に量り，水 10 mL 及び希硫酸 10 mL を入れたフラスコに加え，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL = 1.701 mg H_2O_2

貯　法

保存条件　遮光して，30 ℃ 以下で保存する．

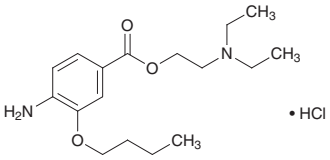
容　　器　気密容器．

オキシブプロカイン塩酸塩

Oxybuprocaine Hydrochloride

塩酸オキシブプロカイン

塩酸ベノキシネート



$C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl：344.88

2-(Diethylamino)ethyl 4-amino-3-butyloxybenzoate monohydrochloride ［*5987-82-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキシブプロカイン塩酸塩（$C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は塩辛く，舌を麻ひする．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.1 g を水 8 mL に溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液 3 mL を加えるとき，油状物を生じ，ガラス棒で器壁をこするとき，白色の結晶を析出する．これをろ取し，水から再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 5 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 103 ～ 106 ℃ である．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　158 ～ 162 ℃

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.25 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）/ギ酸混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.49 mg $C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl

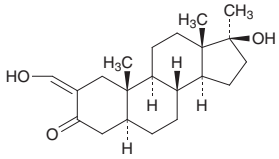
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

オキシメトロン

Oxymetholone



$C_{21}H_{32}O_3$：332.48

17β-Hydroxy-2-hydroxymethylene-17α-methyl-5α-androstan-3-one ［*434-07-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキシメトロン（$C_{21}H_{32}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末でにおいはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色し，分解する．

確認試験

（1）　本品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品 0.01 g をメタノールに溶かし，50 mL とする．この液 5 mL をとり，水酸化ナトリウム・メタノール試液 5 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする．この液につ

き，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：＋34 ～ ＋38°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 175 ～ 182 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1,4-ジオキサン 25 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に速やかにスポットする．風乾後直ちにトルエン/エタノール(99.5)混液（49：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 ～ 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム・メタノール試液 5 mL 及びメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，水酸化ナトリウム・メタノール試液 5 mL にメタノールを加えて 50 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 315 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

オキシメトロン（$C_{21}H_{32}O_3$）の量（mg）＝（A / 541）× 50000

貯　法

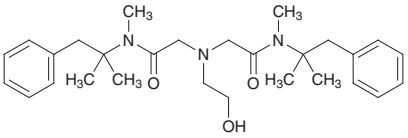
保存条件 遮光して保存する．

容　　器 気密容器．

オキセサゼイン

Oxethazaine

オキセタカイン



$C_{28}H_{41}N_3O_3$：467.64

2,2′-(2-Hydroxyethylimino)bis[*N*-(1,1-dimethyl-2-phenylethyl)-*N*-methylacetamide] ［*126-27-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキセサゼイン（$C_{28}H_{41}N_3O_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈2.60〉 101 ～ 104 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をとり，エタノール（95）20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL，エタノール（95）20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.40 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/テトラヒドロフラン/メタノール/アンモニア水(28)混液（24：10：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 2-アミノエタノール 本品 1.0 g をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とする．この液に 1-フルオロ-2,4-ジニトロベンゼンのメタノール溶液（1 → 25）0.1 mL を加えて振り混ぜ，60 ℃ で 20 分間加温するとき，液の色は次

の比較液より濃くない．

比較液：2-アミノエタノール 0.10 g をメタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

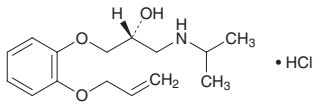
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 46.76 mg $C_{28}H_{41}N_3O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

オクスプレノロール塩酸塩

Oxprenolol Hydrochloride

塩酸オクスプレノロール



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{23}NO_3$・HCl：301.81

(2*RS*)-1-[2-(Allyloxy)phenoxy]-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

[*6452-73-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オクスプレノロール塩酸塩（$C_{15}H_{23}NO_3$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）2 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する．この液にジエチルエーテル 1 mL を加え，よく振り混ぜて放置するとき，ジエチルエーテル層は赤紫色，水層は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 150）3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡紅色の沈殿を生じる．

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

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

融 点〈*2.60*〉 107 ～ 110 ℃

純度試験

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

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.18 mg $C_{15}H_{23}NO_3$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Mumps Vaccine

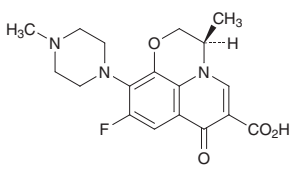
本品は弱毒生ムンプスウイルスを含む乾燥製剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生おたふくかぜワクチンの条に適合する．

性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液剤となる．

オフロキサシン

Ofloxacin



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{20}FN_3O_4$：361.37

(3*RS*)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-1-yl)-7-oxo-2,3-dihydro-7*H*-pyrido[1,2,3-*de*]-[1,4]benzooxazine-6-carboxylic acid ［*82419-36-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オフロキサシン（$C_{18}H_{20}FN_3O_4$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は帯微黄白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品の水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

本品は光によって変色する．

融点：約 265 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 150000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は光を避けて行う．本品 10 mg を水/アセトニトリル混液（6：1）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（6：1）を加えて正確に 20 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（6：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のオフロキサシン以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の 0.4 倍より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：294 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 7.0 g 及び酢酸アンモニウム 4.0 g を水 1300 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 2.2 に調整し，アセトニトリル 240 mL を加える．

流量：オフロキサシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオフロキサシンの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（6：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たオフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 0.5 mL をとり，オフロキサシン脱メチル体の水/アセトニトリル混液（6：1）溶液（1 → 20000）1 mL を加え，更に水/アセトニトリル混液（6：1）を加え，100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，オフロキサシン脱メチル体，オフロキサシンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.14 mg $C_{18}H_{20}FN_3O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

オリブ油

Olive Oil

OLEUM OLIVAE

本品は *Olea europaea* Linné（*Oleaceae*）の果実を圧搾して得た脂肪油である．

性　状　本品は淡黄色の油で，敗油性でないわずかなにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

本品は 0 ～ 6 ℃ で一部又は全部が凝固する．

脂肪酸の凝固点：17 ～ 26 ℃

比　重〈*1.13*〉　d_{25}^{25}：0.908 ～ 0.914

酸　価〈*1.13*〉　1.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　186 ～ 194

不けん化物〈*1.13*〉　1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　79 ～ 88

純度試験

（1）　乾性油　本品 2 mL に薄めた硝酸（1 → 4）10 mL を加え，これに亜硝酸ナトリウムの粉末 1 g を少量ずつ加えながら，よく振り混ぜた後，冷所で 4 ～ 10 時間放置するとき，白色の固形物に凝固する．

（2）　ラッカセイ油　本品 1.0 g を正確に量り，硫酸・ヘキサン・メタノール試液 60 mL に溶かし，還流冷却器を付けて水浴上で 2.5 時間沸騰させた後，冷却し，分液漏斗に移し，水 100 mL を加える．フラスコは石油エーテル 50 mL で洗い，洗液は分液漏斗に加え，振り混ぜた後，静置し，石油エーテル層を分取する．水層は更に石油エーテル 50 mL を加えて抽出し，石油エーテル層は先の石油エーテル液に合わせる．石油エーテル液は毎回水 20 mL を用いて洗液

がメチルオレンジ試液で酸性を示さなくなるまで繰り返し洗浄する．無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜ，ろ過し，無水硫酸ナトリウムは石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗い，洗液は先の漏斗を用いてろ過し，ろ液を合わせ，窒素を通じながら水浴上で石油エーテルを留去する．残留物をアセトンに溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にベヘン酸メチル 67 mg をアセトンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のベヘン酸メチルのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき，H_T は H_S より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：220 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ベヘン酸メチルの保持時間が約 18 分になるように調整する．

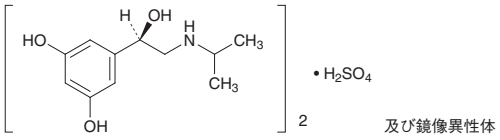
検出感度：標準溶液 2 μL から得たベヘン酸メチルのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

貯　法　容　器　気密容器．

オルシプレナリン硫酸塩

Orciprenaline Sulfate

硫酸オルシプレナリン



及び鏡像異性体

$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：520.59

5-{(1*RS*)-1-Hydroxy-2-[(1-methylethyl)amino]ethyl}benzene-1,3-diol hemisulfate ［*5874-97-5*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，オルシプレナリン硫酸塩〔$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 220 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1607 cm^{-1}，1153 cm^{-1}，1131 cm^{-1}，及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 T　3 mL に薄めた塩酸（1 → 40）1 mL を加える．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　オルシプレナロン　本品 0.200 g をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 328 nm における吸光度は 0.075 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.5 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.7 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 52.06 mg $(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

オレンジ油

Orange Oil

OLEUM AURANTII

本品は *Citrus* 属諸種植物（*Rutaceae*）の食用に供する種類の果皮を圧搾して得た精油である．

性　状　本品は黄色～黄褐色の液で，特異な芳香があり，味はわずかに苦い．

本品は等容量のエタノール（95）に濁って混和する．

屈 折 率〈2.45〉　n_D^{20}：1.472 ～ 1.474

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+85 ～ +99°（100 mm）．

比　重〈1.13〉　d_{20}^{20}：0.842 ～ 0.848

純度試験　重金属〈1.07〉　本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

貯　法

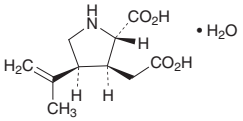
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

カイニン酸水和物

Kainic Acid Hydrate

カイニン酸



$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$：231.25

(2*S*,3*S*,4*S*)-3-(Carboxymethyl)-4-(1-methylethenyl)pyrrolidine-2-carboxylic acid monohydrate ［*487-79-6*，無水物］

本品を乾燥したものは定量するとき，カイニン酸（$C_{10}H_{15}NO_4$：213.23）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水又は温湯にやや溶けにくく，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.8 ～ 3.5 である．

融点：約 252 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 5000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，60 ～ 70 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品 0.05 g を酢酸（100）5 mL に溶かし，臭素試液 0.5 mL を加えるとき，試液の色は直ちに消える．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－13 ～ －17°（0.5 g，水，50 mL，200 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を白金るつぼにとり，炭酸ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固した後，徐々に加熱し，ほとんど灰化するまで強熱する．冷後，希硝酸 12 mL を加え，加温して溶かした後，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，以下同様に操作する（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL を加える（0.028 % 以下）．

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

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　アミノ酸又は他のイミノ酸　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.5 ～ 8.5 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，温湯 50 mL に溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 10 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 21.32 mg $C_{10}H_{15}NO_4$

貯法　容器　気密容器．

カイニン酸・サントニン散

Kainic Acid and Santonin Powder

本品は定量するとき，サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$：246.30）9.0 ～ 11.0 % 及びカイニン酸水和物（$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$：231.25）1.80 ～ 2.20 % を含む．

製　法

サントニン	100 g
カイニン酸水和物	20 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適　量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は白色である．

確認試験

（1）　本品 1 g にクロロホルム 10 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過する〔残留物は（2）の試験に用いる〕．ろ液をとり，クロロホルムを留去し，残留物を水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する（サントニン）．

（2）　（1）の残留物に温湯 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL に水 10 mL 及びニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 1 mL を加え，60 ～ 70 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈する（カイニン酸）．

定量法

（1）　サントニン　本品約 0.25 g 及び定量用サントニン約 25 mg を精密に量り，それぞれにエタノール（95）20 mL を加え，5 分間よく振り混ぜた後，ろ過する．残留物をエタノール（95）10 mL ずつで 3 回洗い，ろ過する．ろ液及び

洗液を合わせ，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．これらの液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用サントニンの秤取量（mg）

（2） カイニン酸　本品約 1.25 g を精密に量り，薄めたピリジン（1 → 10）20 mL を加え，5 分間よく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を薄めたピリジン（1 → 10）10 mL ずつで 3 回洗い，ろ過する．ろ液及び洗液を合わせ，薄めたピリジン（1 → 10）を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたピリジン（1 → 10）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用カイニン酸を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，薄めたピリジン（1 → 10）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたピリジン（1 → 10）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 2 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱した後，急冷し，2 分間強く振り混ぜる．これに水を加えて正確に 20 mL とし，15 分間放置した後，薄めたピリジン（1 → 10）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 425 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

カイニン酸水和物（$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0845$

W_S：定量用塩酸カイニン酸の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

カオリン
Kaolin

本品は天然に産する含水ケイ酸アルミニウムである．

性　状　本品は白色～類白色の砕きやすい塊又は粉末で，わずかに粘土ようのにおいがある．

本品は水，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない．

本品は水で潤すとき，暗色を帯び，可塑性となる．

確認試験

（1） 本品 1 g を磁製皿にとり，水 10 mL 及び硫酸 5 mL を加え，ほとんど蒸発乾固するまで加熱する．冷後，水 20 mL を加え，2 ～ 3 分間煮沸した後，ろ過するとき，残留物は灰色である．

（2） （1）のろ液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（2）及び（4）を呈する．

純度試験

（1） 液性　本品 1.0 g を水 25 mL に加え，よく振り混ぜてろ過した液の pH〈2.54〉は 4.0 ～ 7.5 である．

（2） 酸可溶物　本品 1.0 g を希塩酸 20 mL に加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL を蒸発乾固し，450 ～ 550 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，残留物は 0.010 g 以下である．

（3） 炭酸塩　本品 1.0 g を水 5 mL に加えてかき混ぜた後，薄めた硫酸（1 → 2）10 mL を加えるとき，泡立たない．

（4） 重金属〈1.07〉　本品 1.5 g に水 50 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに生じたとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g 及び希酢酸 6 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（50 ppm 以下）．

（5） 鉄〈1.10〉　本品 40 mg に希塩酸 10 mL を加え，水浴中で 10 分間振り混ぜながら加熱する．冷後，L-酒石酸 0.5 g を加え，振り混ぜて L-酒石酸を溶かした後，以下第 2 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（500 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g に水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 異物　本品 5 g をビーカーに入れ，水 100 mL を加えてかき混ぜ，砂を残すように傾斜する．更に毎回水 100 mL を用いてこの操作を数回繰り返すとき，砂状の残留物を残さない．

強熱減量〈2.43〉　15.0 % 以下（1 g，600 ℃，5 時間）．

可 塑 性　本品 5 g に水 7.5 mL を加えてよく振り混ぜるとき，著しい流動性がない．

貯　法　容　　器　密閉容器．

カカオ脂
Cacao Butter
OLEUM CACAO

本品はカカオ *Theobroma cacao* Linné（*Sterculiaceae*）の種子から得た脂肪である．

性　状　本品は黄白色の堅くてもろい塊で，わずかにチョコレートようのにおいがあり，敗油性のにおいはない．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，

沸騰エタノール（99.5）にやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

脂肪酸の凝固点：45 ～ 50 ℃

融点：31 ～ 35 ℃ ただし，試料は融解せずに毛細管に詰める．

比　重〈*1.13*〉　d_{20}^{40}：0.895 ～ 0.904

酸　価〈*1.13*〉　3.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　188 ～ 195

ヨウ素価〈*1.13*〉　35 ～ 43

貯　法　容　器　密閉容器．

ガスえそウマ抗毒素

Gas Gangrene Antitoxin, Equine

ガスえそ抗毒素

本品はウマ免疫グロブリン中の *Clostridium perfringens*（*C. welchii*）Type A 抗毒素，*Clostridium septicum*（*Vibrion septique*）抗毒素及び *Clostridium oedematiens*（*C. novyi*）抗毒素を含む液状の注射剤である．

本品は *Clostridium histolyticum* 抗毒素を含むことがある．

本品は生物学的製剤基準のガスえそウマ抗毒素の条に適合する．

性　状　本品は無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液である．

過テクネチウム酸ナトリウム（^{99m}Tc）注射液

Sodium Pertechnetate（^{99m}Tc）Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はテクネチウム-99*m* を過テクネチウム酸ナトリウムの形で含む．

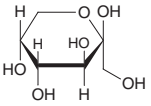
本品は放射性医薬品基準の過テクネチウム酸ナトリウム（^{99m}Tc）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色澄明の液である．

果糖

Fructose



$C_6H_{12}O_6$：180.16

β-D-Fructopyranose　［*57-48-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，果糖（$C_6H_{12}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 20）2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 4.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 25.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2）　酸　本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5）　亜硫酸塩　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，0.01 mol/L ヨウ素液 0.25 mL を加えるとき，液は黄色である．

（6）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（4 ppm 以下）．

（7）　カルシウム　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 ～ 3 滴及びシュウ酸アンモニウム試液 1 mL を加えて 1 分間放置するとき，液は澄明である．

（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.5 g を水 5 mL に溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，5 分間水浴上で加熱し，更に濃縮して 5 mL とし，冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（9）　5-ヒドロキシメチルフルフラール類　本品 5.0 g を水 100 mL に溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 284 nm における吸光度は 0.32 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 4 g を精密に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水 80 mL に溶かし，30 分間放置した後，水を加えて正確に 100 mL とし，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20 ± 1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

果糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）＝ $|\alpha_D| \times 1087.0$

貯　法　容　　器　気密容器.

果糖注射液
Fructose Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する果糖（$C_6H_{12}O_6$：180.16）を含む.

製　法　本品は「果糖」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，味は甘い.

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「果糖」1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

（2）　（1）の試料溶液 10 mL にレソルシノール 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加え，水浴中で 3 分間加温するとき，液は赤色を呈する.

pH 〈*2.54*〉　3.0 ～ 6.5　ただし，表示濃度が 5 % を超えるときは，水を用いて 5 % 溶液を調製し，この液につき試験を行う.

純度試験

（1）　重金属 〈*1.07*〉　本品の表示量に従い「果糖」5.0 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える.

（2）　ヒ素 〈*1.11*〉　本品の表示量に従い「果糖」1.5 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 5 mL とし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，以下「果糖」の純度試験（8）を準用する.

強熱残分 〈*2.44*〉　本品の表示量に従い「果糖」2 g に対応する容量を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，試験を行うとき，その量は 2 mg 以下である.

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

発熱性物質 〈*4.04*〉　容器に 10 mL を超えて充てんされたものは，試験を行うとき，適合する.

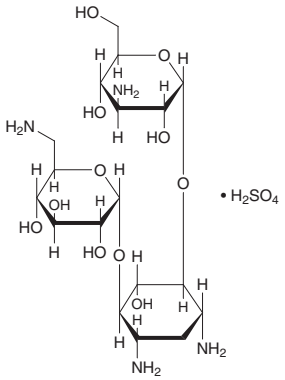
定 量 法　本品の果糖（$C_6H_{12}O_6$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜ，30 分間放置した後，旋光度測定法 〈*2.49*〉 により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する.

果糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）＝ $|\alpha_D| \times 1087.0$

貯　法　容　　器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

カナマイシン一硫酸塩
Kanamycin Monosulfate

一硫酸カナマイシン



$C_{18}H_{36}N_4O_{11} \cdot H_2SO_4$：582.58

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine monosulfate ［*25389-94-0*］

本品は，*Streptomyces kanamyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 750 ～ 832 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，カナマイシン（$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$：484.50）としての量を質量（力価）で示す.

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品 50 mg を水 3 mL に溶かし，アントロン試液 6 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する.

（2）　本品及びカナマイシン一硫酸塩標準品 20 mg ずつをそれぞれ水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）の上澄液を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい.

（3）　本品の水溶液（1 → 5）に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる.

旋 光 度 〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：＋112 ～ ＋123°（乾燥物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）.

硫酸の量　本品約 0.25 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，アンモニア水（28）で pH を 11.0 に調整する．この液に 0.1 mol/L 塩化バリウム液 10 mL を正確に加え，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する（指示薬：フタレインパープル 0.5 mg）．た

だし，液の色が変わり始めたときにエタノール（99.5）50 mL を加え，滴定の終点は，液の青紫色が無色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．硫酸（SO_4）の量は，乾燥物に換算した本品に対して 15.0 ～ 17.0 % である．

0.1 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 9.606 mg SO_4

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.30 g を水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にカナマイシン一硫酸塩標準品 45 mg を水に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液（1 → 100）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0 % 以下（5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液 カナマイシン一硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

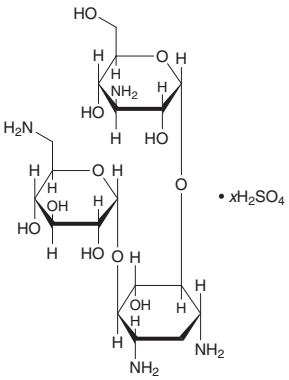
（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 密閉容器．

カナマイシン硫酸塩

Kanamycin Sulfate

硫酸カナマイシン



$C_{18}H_{36}N_4O_{11}\cdot xH_2SO_4$

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate ［*133-92-6*］

本品は，*Streptomyces kanamyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 690 ～ 740 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，カナマイシン（$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$：484.50）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品及びカナマイシン一硫酸塩標準品 20 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+103 ～ +115°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.30 g を水に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にカナマイシン一硫酸塩標準品 9.0 mg を水に溶かして正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液（1 → 100）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

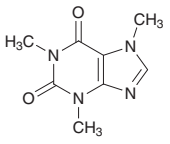
（iii） 標準溶液 カナマイシン一硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

無水カフェイン

Anhydrous Caffeine



$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione

［*58-08-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，水，無水酢酸又は酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける．

（2） 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える．

（3） 本品 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする．この液 5 mL に薄めた酢酸（31）（3 → 100）3 mL 及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液（1 → 5）2 mL を加え，1 分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈する．

融 点〈2.60〉 235 ～ 238 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g を熱湯 80 mL に溶かし，20 ℃ に急冷し，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 （1）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 D より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

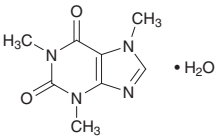
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.42 mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯　法　容　　器　気密容器.

カフェイン水和物

Caffeine Hydrate

カフェイン



$C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$：212.21

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6-(3*H*,7*H*)-dione monohydrate ［*5743-12-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の柔らかい結晶又は粉末で，においはなく，味はやや苦い.

本品はクロロホルムに溶けやすく，水，酢酸（100）又は無水酢酸にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である.

本品は乾燥空気中で風解する.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける.

（2） 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える.

（3） 本品 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする．この液 5 mL に薄めた酢酸（31）（3 → 100）3 mL 及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液（1 → 5）2 mL を加え，1 分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈する.

融　点〈*2.60*〉　235 ～ 238 ℃（乾燥後）.

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g を熱湯 80 mL に溶かし，20 ℃ に急冷し，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉（1）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.024 % 以下）.

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 D より濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 ～ 8.5 %（1 g，80 ℃，4 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）.

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.42 mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯　法　容　　器　気密容器.

カプセル

Capsules

本品はゼラチンなど日本薬局方に収載されている適当なカプセル基剤を用いて製し，一端を閉じた交互に重ね合わすことができる一対の円筒体である.

製　法　本品は「ゼラチン」など日本薬局方に収載されている適当なカプセル基剤に水を加え，加温して溶かし，必要ならば「グリセリン」又は「D-ソルビトール」，乳化剤，分散剤，保存剤，着色剤などを加え，濃厚なにかわ状の液とし，温時成型して製する.

本品は必要に応じて滑沢剤を塗布することができる.

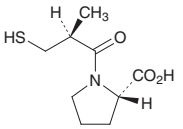
性　状　本品はにおいはなく，弾力性がある.

純度試験　においと溶状及び液性　本品 1 個（1 対）を重ね合わさずに 100 mL の三角フラスコに入れ，水 50 mL を加え，37±2 ℃ に保ちながらしばしば振り動かす．この試験を 5 回行うとき，いずれも 10 分以内に溶ける．また，この液はいずれもにおいがなく，中性又は弱酸性を呈する.

貯　法　容　　器　密閉容器.

カプトプリル

Captopril



$C_9H_{15}NO_3S$：217.29

(2*S*)−1−[(2*S*)−2−Methyl−3−sulfanylpropanonyl]pyrrolidine−2−carboxylic acid ［*62571−86−2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，カプトプリル（$C_9H_{15}NO_3S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にやや溶けやすい．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{25}$：−125 ～ −134°（乾 燥 後，0.1 g，エタノール（99.5）10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 105 ～ 110 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.20 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン 15 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸（100）混液（13：7）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポット及び主スポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン　本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/リン酸混液（1000：1000：1）

流量：1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン 25 mg ずつをメタノール 200 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，本品，1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，希硫酸 20 mL 及びヨウ化カリウム 1 g を加えて振り混ぜ，1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

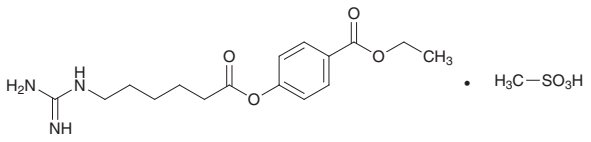
1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 21.73 mg $C_9H_{15}NO_3S$

貯 法 容 器　気密容器．

ガベキサートメシル酸塩

Gabexate Mesilate

メシル酸ガベキサート



$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$：417.48

Ethyl 4−(6−guanidinohexanoyloxy)benzoate monomethanesulfonate ［*56974−61−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ガベキサートメシル酸塩（$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2000）4 mL に 1−ナフトール試液 2 mL 及びジアセチル試液 1 mL を加え，10 分間放置

するとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品 1 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱する．冷後，希硝酸 2 mL 及びエタノール（95）5 mL を加えて振り混ぜ，塩化鉄（Ⅲ）試液 5 滴を加えて振り混ぜるとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はガベキサートメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，穏やかに加熱して融解し，20 ～ 30 秒間加熱を続ける．冷後，水 0.5 mL を加えた後，希塩酸 3 mL を加え，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

融　点〈2.60〉 90 ～ 93 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，1 mol/L 塩酸試液 20 mL に水浴中で加熱して溶かし，更に 20 分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液 10 mL をとる．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） パラオキシ安息香酸エチル　本品を乾燥し，その 50 mg をとり，希エタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にパラオキシ安息香酸エチル 5.0 mg をとり，希エタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパラオキシ安息香酸エチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

（5） 類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を酢酸のにおいがなくなるまで風乾する．これに 8–キノリノールのアセトン溶液（1 → 1000）を均等に噴霧し，風乾した後，臭素・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びガベキサートメシル酸塩標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを希エタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ガベキサートメシル酸塩（$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ガベキサートメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）/1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 → 200）/酢酸（100）混液（540：200：20：1）

流量：ガベキサートの保持時間が約 13 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ガベキサートの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システム再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

過マンガン酸カリウム

Potassium Permanganate

$KMnO_4$：158.03

本品を乾燥したものは定量するとき，過マンガン酸カリウム（$KMnO_4$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は暗紫色の結晶で，金属性光沢がある．

本品は水にやや溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 1000）はやや甘味があり，収れん性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 100）は過マンガン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　水不溶物　本品を粉末とし，その 2.0 g を水 200 mL に溶かし，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，不溶物を洗液が無色となるまで水で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 4 mg 以下である．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g を水 10 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，過酸化水素（30）を滴加して完全に脱色した後，砂浴上でほとんど蒸発し，残留物を水 5 mL に溶かす．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：水 10 mL に硫酸 1 mL 及び検液の調製と同量の過酸化水素（30）を加え，砂浴上でほとんど蒸発し，ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし，以下検液の試験と同様に操作する（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，18 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，水に溶かし正確に 200 mL とし，試料溶液とする．0.05 mol/L シュウ酸液 25 mL を 500 mL の三角フラスコ中に正確に量り，薄めた硫酸（1 → 20）200 mL を加え，液温を 30 ～ 35 ℃ とし，試料溶液をビュレットに入れ，穏やかに振り混ぜながら，その 23 mL を速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に 55 ～ 60 ℃ に加温し，30 秒間持続する赤色を呈するまで，徐々に滴定〈*2.50*〉する．

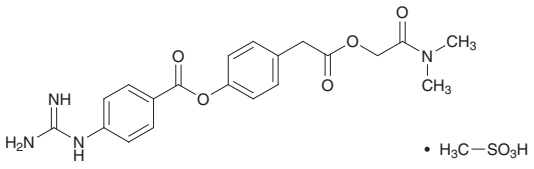
0.05 mol/L シュウ酸液 1 mL = 3.161 mg $KMnO_4$

貯 法 容 器　気密容器．

カモスタットメシル酸塩

Camostat Mesilate

メシル酸カモスタット



$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$：494.52

Dimethylcarbamoylmethyl 4-(4-guanidinobenzoyloxy)phenylacetate monomethanesulfonate　［*59721-29-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カモスタットメシル酸塩（$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）4 mL に 1-ナフトール試液 2 mL 及びジアセチル試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカモスタットメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，穏やかに加熱して融解し，20 ～ 30 秒間加熱を続ける．冷後，水 0.5 mL を加えた後，希塩酸 3 mL を加え，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

融　点〈*2.60*〉　194 ～ 198 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，水 40 mL に加温して溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL 及び希酢酸 2 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，2 mol/L 塩酸試液 20 mL に水浴中で加熱して溶かし，更に 20 分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液 10 mL をとる．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 30 mg をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びカモスタットメシル酸塩標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

カモスタットメシル酸塩（$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：カモスタットメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのエタノール（95）溶液（1 → 1500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 → 500）/ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）/酢酸（100）混液（200：100：50：1）

流量：カモスタットの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，カモスタット，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

β-ガラクトシダーゼ（アスペルギルス）

β-Galactosidase（Aspergillus）

アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ

［*9031-11-2*］

本品は *Aspergillus oryzae* の産生する乳糖分解力がある酵素を含むものである．

本品は定量するとき，1 g 当たり 8000 ～ 12000 単位を含む．

本品は通例，「マルトース水和物」と「デキストリン」又は「マルトース水和物」と「D-マンニトール」若しくは「マルトース水和物」と「デキストリン」と「D-マンニトール」の混合物で薄めてある．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水にわずかに混濁して溶け，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 25 mg を水 100 mL に溶かし，この液 1 mL に乳糖基質試液 9 mL を加え，30 ℃ で 10 分間放置する．この液 1 mL にグルコース検出用試液 6 mL を加えて 30 ℃ で 10 分間放置するとき，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 100 mL に溶かし，必要があればろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） においの　本品は変敗したにおいがない．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　9.0 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　3 % 以下（0.5 g）．

窒素含量　本品約 70 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，換算した乾燥物に対し，0.5 ～ 5.0 % である．

定 量 法

（i） 基質溶液　2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 0.172 g を pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100 mL とする．

（ii） 操作法　本品約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．基質溶液 3.5 mL を正確に量り，30 ± 0.1 ℃ で 5 分間放置した後，試料溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 30 ± 0.1 ℃ で正確に 10 分間放置した後，炭酸ナトリウム試液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 420 nm における吸光度 A_1 を測定する．別に基質溶液 3.5 mL を正確に量り，炭酸ナトリウム試液 1 mL を正確に加えて振り混ぜ，次に試料溶液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる．以下同様に操作して吸光度 A_2 を測定する．

本品 1 g 中の単位

$$= \{(A_1 - A_2) / 0.917\} \times (1 / 0.5) \times (1 / 10) \times (1 / W)$$

0.917：*o*-ニトロフェノール 1 μmol/5 mL の吸光度

W：試料溶液 1 mL 中の本品の量（g）

単位：上記の操作条件で 1 分間に 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 1 μmol を加水分解する酵素量を，1 単位とする．

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

β-ガラクトシダーゼ（ペニシリウム）

β-Galactosidase（Penicillium）

［*9031-11-2*］

本品は *Penicillium multicolor* の産生する乳糖分解力がある酵素を含むものである．

本品は定量するとき，1 g 当たり 8500 ～ 11500 単位を含む．

本品は通例，D-マンニトールで薄めてある．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は粉末である．

本品は水に混濁して溶け，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を水 100 mL に溶かし，この液 0.2 mL

に乳糖基質試液 0.2 mL を加えて，30 ℃ で 10 分間放置する．これにグルコース検出用試液 3 mL を加えて 30 ℃ で 10 分間放置するとき，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.15 g を水 100 mL に溶かし，必要があればろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．

純度試験

（1） におい 本品は変敗したにおいがない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 窒素 本品約 0.1 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，表示された 1000 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 3 mg を超えない．

（5） 混在たん白質 本品 0.15 g を水 4 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 15 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピークのピーク面積を自動積分法により測定するとき，保持時間約 19 分のピーク以外のピークのピーク面積の合計は，全ピーク面積の 75 % 以下であり，保持時間約 19 分のピーク，保持時間約 3 分のピーク及び保持時間約 16 分のピーク以外のピークのピーク面積は，それぞれ全ピーク面積の 15 % 以下である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 7.5 mm，長さ約 75 mm のステンレス管に 10 μm の親水性ポリマーにスルホプロピル基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム 2.83 g を水 1000 mL に溶かし，酢酸（100）を加え，pH を 4.5 に調製した液（移動相 A）及び塩化ナトリウム 29.2 g を移動相 A 1000 mL に溶かした液（移動相 B）．

送液：毎分 0.8 mL で送液するとき，非保持たん白質の保持時間が約 3 分に，酵素たん白質の保持時間が約 19 分になるように，試料注入後直ちに移動相 A から移動相 B への直線濃度勾配となるように送液し，その後は移動相 B を送液する．

カラムの選定：β-ラクトグロブリン 15 mg を水 4.5 mL に溶かし，シトシン溶液（1 → 5000）0.5 mL を加え，カラム選定用溶液とする．カラム選定用溶液 15 μL につき，上記の条件で操作するとき，シトシン，β-ラクトグロブリンの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：カラム選定用溶液 15 μL から得た β-ラクトグロブリンのピーク高さが 5 ～ 14 cm になるように調整する．

面積測定範囲：β-ラクトグロブリンの保持時間の約 1.4 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 2 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 基質溶液 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 0.603 g を pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100 mL とする．

（ii） 操作法 本品約 0.15 g を精密に量り，水を加えてよく振り混ぜて溶かし，正確に 100 mL とし，室温で 1 時間放置する．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL を試験管に正確に量り，30 ± 0.1 ℃ で 10 分間保温した後，あらかじめ 30 ± 0.1 ℃ で保温しておいた基質溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．30 ± 0.1 ℃ で正確に 10 分間反応させた後，炭酸ナトリウム試液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜ反応を停止する．この液に水 8 mL を正確に加えて混和し，試料呈色液とする．別に，pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 0.5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，空試験呈色液とする．試料呈色液及び空試験呈色液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 420 nm における吸光度 A_T 及び A_B を測定する．

本品 1 g 中の単位

$= (1 / W) \times \{(A_T - A_B) / 0.459\} \times 1 / 10$

0.459：o-ニトロフェノール 1 μmol/10 mL の吸光度

W：試料溶液 0.5 mL 中の本品の秤取量（g）

単位：上記の操作条件で 1 分間に 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 1 μmol を加水分解する酵素量を 1 単位とする．

貯 法 容 器 気密容器．

カリジノゲナーゼ

Kallidinogenase

［*9001-01-8*］

本品は健康なブタの膵臓から得た酵素で，キニノーゲンを分解し，キニンを遊離する作用がある．

本品は 1 mg 中にカリジノゲナーゼ 25 単位以上を含む．

通例，「乳糖水和物」等で薄めてある．

本品は定量するとき，表示単位の 90 ～ 110 % を含む．

性 状 本品は白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 300）の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

確認試験

（1） 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 10 単位を含む溶液を調製する．この溶液 5 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター

試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，別々の試験管に入れ，一方にはアプロチニン試液 1 mL を，他方には pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 1 mL をそれぞれ正確に加え，室温で 20 分間放置し，それぞれ試料溶液 1 及び 2 とする．別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，別々の試験管に入れ，一方にはアプロチニン試液 1 mL を，他方には pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 1 mL をそれぞれ正確に加え，同様に室温で 20 分間放置し，それぞれ試料溶液 3 及び 4 とする．次にあらかじめ 30.0±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（1）2.5 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに 30.0±0.5 ℃ で 5 分間加温した試料溶液 1 を正確に 0.5 mL 加えると同時に秒時計を始動させ，30.0±0.5 ℃ で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 $A_{1\text{-}2}$ 及び $A_{1\text{-}6}$ を測定する．試料溶液 2，3 及び 4 について同様に試験を行い，それぞれ吸光度 $A_{2\text{-}2}$，$A_{2\text{-}6}$，$A_{3\text{-}2}$，$A_{3\text{-}6}$，$A_{4\text{-}2}$ 及び $A_{4\text{-}6}$ を測定する．次式により I の値を求めるとき，I の値は 0.2 より小さい．

$$I = \frac{(A_{1\text{-}6} - A_{1\text{-}2}) - (A_{3\text{-}6} - A_{3\text{-}2})}{(A_{2\text{-}6} - A_{2\text{-}2}) - (A_{4\text{-}6} - A_{4\text{-}2})}$$

（2） あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（2）2.9 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに定量法で得た試料溶液 0.1 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30.0±0.5 ℃ で紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，4 ～ 6 分間，波長 253 nm における吸光度の変化を測定する．ただし，別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 0.1 mL を正確に量り，あらかじめ 30.0±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（2）2.9 mL を正確に量ったものに加えた液を対照とする．その吸光度の変化率が一定であるとき，1 分間当たりの吸光度の変化量 A を算出する．次式により R の値を求めるとき，R の値は 0.12 ～ 0.16 である．

$$R = (A / 0.0383) \times \{1 / (a - b)\}$$

a：試料溶液 1 mL 中の本品の量（mg）

b：定量法で得た本品 1 mg 中のカリジノゲナーゼ単位数

比 活 性 本品につき，窒素定量法〈*1.08*〉により窒素含量を測定し，窒素（N：14.01）1 mg をたん白質 6.25 mg に換算し，定量法で得た単位数から比活性を求めるとき，たん白質 1 mg 当たりカリジノゲナーゼ 100 単位以上である．

純度試験

（1） 脂肪 本品 1.0 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，時々振り混ぜ 30 分間抽出した後，ろ過し，ジエチルエーテル 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1 mg 以下である．

（2） キニナーゼ

（ⅰ） ブラジキニン溶液 ブラジキニンの適量をとり，pH 7.4 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にブラジキニン 0.200 μg を含む溶液を調製する．

（ⅱ） カリジノゲナーゼ溶液 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.4 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 1 単位を含む溶液を調製する．

（ⅲ） 試料溶液 ブラジキニン溶液 0.5 mL を正確に量り，30±0.5 ℃ で 5 分間加温し，あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 30.0±0.5 ℃ で正確に 150 秒間放置した後，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.2 mL を正確に加えて振り混ぜる．3 分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離し，室温で 15 分間放置する．上澄液 0.5 mL を正確に量り，pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる．この液 0.1 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 0.9 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に 0.2 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 0.6 mL を正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．

（ⅳ） 対照溶液 pH 7.4 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 0.5 mL につき（ⅲ）と同様に操作して対照溶液とする．

（ⅴ） 操作法 96 ウェルマイクロプレートの抗ウサギ抗体結合ウェルに抗ブラジキニン抗体試液 0.1 mL を加え，振り混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 1 時間放置する．抗ブラジキニン抗体試液を除き，マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 0.3 mL を加えて除く．これを 3 回繰り返し，液をよく除いた後，試料溶液及び対照溶液 100 μL と pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 50 μL を加え，振り混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 1 時間放置する．次にペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液 50 μL を加え，振り混ぜた後，冷所で一晩放置する．反応液を除き，マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 0.3 mL を加えて除く．これを 4 回繰り返し，液をよく除いた後，ペルオキシダーゼ測定用基質液 100 μL を加え，25 ℃ 付近の一定温度で遮光して正確に 30 分間放置した後，薄めた硫酸（23 → 500）100 μL を加え，振り混ぜた後，波長 490 ～ 492 nm における吸光度を測定する．別に，ブラジキニンの適量をとり，pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中に正確 に 100 ng，25 ng，6.25 ng，1.56 ng，0.39 ng，0.098 ng を含むように調製し，それぞれ標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4），標準溶液（5），標準溶液（6）とする．また，pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 1 mL を標準溶液（7）とする．ウェルにそれぞれの標準溶液 50 μL とトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 100 μL を加え，以下試料溶液及び対照溶液と同様に操作する．

標準溶液のブラジキニン量と吸光度から検量線を作成し，試料溶液及び対照溶液のブラジキニン量 B_T（pg）及び B_S（pg）を求める．

なお，この試験の吸光度測定には，通例，マイクロプレート用の分光光度計を用いる．ウェルが吸光度測定のセルとなるので，汚れ，傷に注意する．また，層長はウェルの液量に

よって変動するため，正確な一定量の液をウェルに加える．

（vi） 判定 次式により R の値を求めるとき R の値は 0.8 以上である．

$R = B_T / B_S$

（3） トリプシン様物質 定量法で得た試料原液 4 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（1）2.5 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに 30±0.5 ℃ で 5 分間加温した試料溶液 0.5 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30±0.5 ℃ で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 A_2 及び A_6 を測定する．別に試料原液 4 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，比較液とする．比較液につき，試料溶液と同様に試験を行い，吸光度 A_2' 及び A_6' を測定する．次式により T の値を求めるとき，T の値は 0.05 以下である．

$T = \{(A_6' - A_2') - (A_6 - A_2)\} / (A_6' - A_2')$

（4） プロテアーゼ 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 1 単位を含む溶液を調製し，これを試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，試験管に入れ，35±0.5 ℃ に 5 分間保つ．次にあらかじめ 35±0.5 ℃ に加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（3）5 mL を正確に量り，試験管中の試料溶液に速やかに加え，35±0.5 ℃ で正確に 20 分間反応させた後，トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜ，室温で 1 時間放置し，メンブランフィルター（孔径 5 μm）を用いてろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液につき，2 時間以内に水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A を測定する．別に試料溶液 1 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，カリジノゲナーゼ測定用基質試液（3）5 mL を正確に加え，以下同様に操作して吸光度 A_0 を測定する．ここで得られた値から $A - A_0$ を計算するとき，その値は 0.2 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 3 % 以下（0.5 g，650 ～ 750 ℃）．

キニン遊離活性試験

（i） カリジノゲナーゼ溶液 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 0.1 単位を含む溶液を調製する．なお，本溶液の調製はガラス製器具を用いて行う．

（ii） 試料溶液キニノーゲン試液 0.5 mL を正確に量り，30±0.5 ℃ で 5 分間加温し，あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 30±0.5 ℃ で正確に 2 分間放置した後，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.2 mL を正確に加えて振り混ぜる．3 分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離し，室温で 15 分間放置する．上澄液 0.5 mL を正確に量り，pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる．この液 0.1 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 1.9 mL を正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．

（iii） 操作法 試料溶液につき，純度試験（2）を準用して，1 ウェル当たりのキニン量 B（pg）を測定する．次式により本品 1 単位のキニン遊離活性を求めるとき，500 ng ブラジキニン等量/分/単位以上である．

本品 1 単位のキン遊離活性
（ng ブラジキニン等量/分/単位） = B × 4.8

定 量 法 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ約 10 単位を含む溶液を調製し，これを試料原液とする．試料原液 4 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（1）2.5 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに 30±0.5 ℃ で 5 分間加温した試料溶液 0.5 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30±0.5 ℃ で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{T6} を測定する．別にカリジノゲナーゼ標準品を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，1 mL 中に正確に 10 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液 4 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．標準溶液 0.5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{S2} 及び A_{S6} を測定する．別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 0.5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{O2} 及び A_{O6} を測定する．

本品 1 mg 中のカリジノゲナーゼ単位数

$$= \frac{(A_{T6} - A_{T2}) - (A_{O6} - A_{O2})}{(A_{S6} - A_{S2}) - (A_{O6} - A_{O2})} \times \frac{W_S}{a} \times \frac{1}{b}$$

W_S：カリジノゲナーゼ標準品の秤取量（単位）
a：標準原液の容量（mL）
b：試料原液 1 mL 中の本品の量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

カリ石ケン

Potash Soap

本品は定量するとき，脂肪酸として 40.0 % 以上を含む．

製　法

植物油	470 mL
水酸化カリウム	適　量
常水又は精製水	適　量
全　　量	1000　g

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」適量を加えて溶かし，この液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける．けん化が完了した後，適量の「常水」又は「精製水」を加えて全量を 1000 g として製する．

性　状　本品は黄褐色透明粘滑の軟塊で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすい．

純度試験　ケイ酸又はアルカリ　本品 10 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき，液は混濁しない．この液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

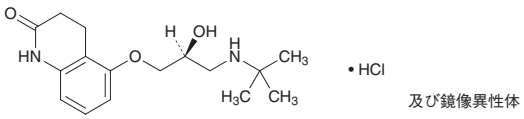
定 量 法　本品約 5 g を精密に量り，熱湯 100 mL に溶かし，分液漏斗に入れ，希硫酸を加えて酸性とし，冷後，ジエチルエーテル 50 mL，40 mL 及び 30 mL を用いて順次抽出する．抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで水 10 mL ずつで洗った後，ジエチルエーテル液を質量既知のフラスコに入れ，水浴上でなるべく低温でジエチルエーテルを蒸発して除き，残留物を 80 ℃ で恒量になるまで乾燥し，質量を量り，脂肪酸の量とする．

貯 法 容　器　気密容器．

カルテオロール塩酸塩

Carteolol Hydrochloride

塩酸カルテオロール



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl：328.83

5-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-2-hydroxypropyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride ［*51781-21-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カルテオロール塩酸塩（$C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 277 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

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

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

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：20：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.88 mg $C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl

貯 法 容　器　密閉容器．

カルナウバロウ

Carnauba Wax

CERA CARNAUBA

本品はカルナウバヤシ *Copernicia cerifera* Mart（*Palmae*）の葉から得たろうである．

性　状　本品は淡黄色～淡褐色の堅くてもろい塊又は白色～淡黄色の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はほとんどない．

本品は水，エタノール（95），ジエチルエーテル又はキシレンにほとんど溶けない．

比重　d_{20}^{20}：0.990 ～ 1.002

融点：80 ～ 86 ℃

酸　価〈*1.13*〉　10.0 以下．ただし，溶媒としてキシレン/エタノール（95）混液（2：1）を用いる．

けん化価〈*1.13*〉　78 ～ 95　本品約 3 g を精密に量り，300 mL のフラスコに入れ，キシレン 25 mL を加え，加温して溶かし，エタノール（95）50 mL 及び正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL を加え，以下けん化価の試験を行う．ただし，加熱は 2 時間とし，また，滴定は温時行う．

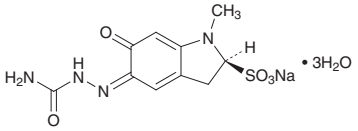
ヨウ素価〈*1.13*〉　5 ～ 14（試料は，共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす）

貯　法　容　　器　密閉容器．

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物

Carbazochrome Sodium Sulfonate Hydrate

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$：376.32

Monosodium (2*RS*)-1-methyl-6-oxo-5-semicarbazono-2,3,5,6-tetrahydroindole-2-sulfonate trihydrate

［*52422-26-5*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム（$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$：322.27）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品はだいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 210 ℃（分解）．

確認試験

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

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.8 g を水 50 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かし，放冷するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 590 nm における吸光度は 0.070 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルバゾクロムスルホン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 1.2 g を水 1000 mL に溶かし，必要ならば孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する．この液 925 mL にエタノール（95）75 mL を加えて振り混ぜた後，リン酸を加えて pH を 3 に調整する．

流量：カルバゾクロムスルホン酸の保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルバゾクロムスルホン酸の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積が，標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びカルバゾクロム 10 mg ずつを水 100 mL に加温して溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，カルバゾクロムスルホン酸，カルバゾクロムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カルバゾクロムスルホン酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　13.0 ～ 16.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）20 mL を用いて調製した直径 10 mm のカラム

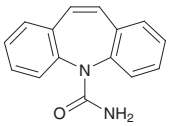
に入れ，1 分間に 4 mL の流速で流出させる．次に，水 150 mL でカラムを洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 16.11 mg $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$

貯　法　容　　器　密閉容器．

カルバマゼピン

Carbamazepine



$C_{15}H_{12}N_2O$：236.27
5*H*-Dibenzo[*b*,*f*]azepine-5-carboxamide　[*298-46-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルバマゼピン（$C_{15}H_{12}N_2O$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に硝酸 2 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（3）　本品に紫外線を照射するとき，強い青色の蛍光を発する．

（4）　定量法で得た液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　189 ～ 193 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品 2.0 g に水 40 mL を正確に加え，15 分間よく振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）でろ過する．ろ液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　アルカリ　（2）のろ液 10 mL を正確に量り，メチルレッド試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（4）　塩化物〈1.03〉　本品 0.25 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.028 % 以下）．

（5）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.25 g をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にイミノジベンジル 5.0 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

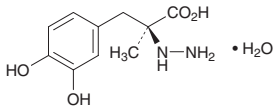
定 量 法　本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

カルバマゼピン（$C_{15}H_{12}N_2O$）の量（mg）
= (A / 490) × 50000

貯　法　容　　器　気密容器．

カルビドパ水和物

Carbidopa Hydrate
カルビドパ



$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$：244.24
(2*S*)-2-(3,4-Dihydroxybenzyl)-2-hydrazinopropanoic acid monohydrate　[*38821-49-7*]

本品は定量するとき，カルビドパ水和物（$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を塩酸のメタノール溶液（9 → 1000）250 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 240 ～ 300 nm の吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルビドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較

するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−21.0 ～ −23.5°（1 g，塩化アルミニウム（Ⅲ）試液，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg に移動相 70 mL を加え，必要ならば加温して超音波を用いて溶かす．冷後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルビドパ以外のピークの合計面積は，標準溶液のカルビドパのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：カルビドパの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たカルビドパのピーク面積が，標準溶液のカルビドパのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

乾燥減量〈2.41〉 6.9 ～ 7.9 %（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品及びカルビドパ標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれに移動相 70 mL を加え，必要ならば加温して超音波を用いて溶かす．冷後，移動相を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のカルビドパのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

カルビドパ水和物（$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0796$

W_S：乾燥物に換算したカルビドパ標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 950 mL にエタノール（95）50 mL を加え，リン酸を加えて pH を 2.7 に調整する．

流量：カルビドパの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びメチルドパ 50 mg ずつを移動相 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルドパ，カルビドパの順に溶出し，その分離度は 0.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カルビドパのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

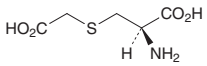
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

L-カルボシステイン

L-Carbocisteine



$C_5H_9NO_4S$：179.19

(2*R*)-2-Amino-3-carboxymethylsulfanylpropanoic acid

[*638-23-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-カルボシステイン（$C_5H_9NO_4S$）98.5 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 186 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL 及び水 3 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，直火で 1 分間加熱するとき，暗褐色～黒色の沈殿を生じる．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33.5 ～ −36.5° 本品を乾燥し，その約 5 g を精密に量り，水 20 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（13 → 100）を加えて溶かし，1 mol/L 塩酸試液及び 0.1 mol/L 塩酸試液を加え，pH を 6.0 に調整した後，更に水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，層長 100 mm で測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g に水 10 mL 及び硝酸

20 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に硝酸 20 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

（3） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.30 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ 15 mm にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，0.1 mol/L 過塩素酸 20 mL を正確に加えて溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.92 mg $C_5H_9NO_4S$

貯 法 容 器 気密容器．

カルメロース

Carmellose

カルボキシメチルセルロース

CMC

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルである．

性 状 本品は白色の粉末で，においはなく，味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し懸濁液となる．

本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品 1.0 g に水 100 mL を加え，振り混ぜて得た懸濁液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，よく振り混ぜ，次に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置し，これを試料溶液とする，試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし，その 1 滴に濃クロモトロープ酸試液 0.5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）の試料溶液 5 mL にアセトン 10 mL を加えて振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる．

（3） （1）の試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，褐色綿状の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.8 g に水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とし，この液 20 mL に希硝酸 10 mL を加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.360 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g に水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，水 20 mL を加える．この液に塩酸 2.5 mL を加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，洗液は上澄液に合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.5 mL を加える（0.720 % 以下）．

（3） ケイ酸塩 本品約 1 g を精密に量り，白金皿に入れ，強熱灰化した後，希塩酸 20 mL を加え，時計皿でふたをして，30 分間穏やかに煮沸する．時計皿をとり，空気を送りながら水浴上で加熱し，蒸発乾固する．更に 1 時間加熱を続けた後，熱湯 10 mL を加え，よくかき混ぜ，定量分析用ろ紙を用いてろ過する．残留物を熱湯で洗い，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙とともに乾燥し，更に恒量となるまで強熱するとき，その量は 0.5 % 以下である．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 8.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（乾燥後，1 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

カルメロースカルシウム

Carmellose Calcium
カルボキシメチルセルロースカルシウム
CMC カルシウム

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのカルシウム塩である．

◆**性　状**　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき膨潤し懸濁液となる．

本品 1.0 g に水 100 mL を加え，振り混ぜて得た懸濁液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，よく振り混ぜ，次に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置し，これを試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし，その 1 滴にクロモトロープ酸試液 0.5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）の試料溶液 5 mL にアセトン 10 mL を加えて振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる．

（3） （1）の試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，褐色綿状の沈殿を生じる．

（4） 本品 1 g を強熱して灰化し，残留物に水 10 mL 及び酢酸（31）6 mL を加えて溶かし，必要ならばろ過し，煮沸した後，冷却し，アンモニア試液で中和するとき，液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） アルカリ　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えてよく振り混ぜ，フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.80 g に水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 mL に 2 mol/L 硝酸試液 10 mL を加え，水浴上で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，硝酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.36 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉（2）の試料溶液 10 mL に塩酸 1 mL を加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.42 mL を加える．検液及び比較液に 3 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び塩化バリウム試液 3 mL ずつを加え，更に水を加えて 50 mL とし，混和する．10 分間放置した後，混濁を比較する．検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない（1.0 % 以下）．

◆（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．◆

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 10 ～ 20 %（乾燥後，1 g）．

◆**貯　法　容　器**　気密容器．◆

カルメロースナトリウム

Carmellose Sodium
カルボキシメチルセルロースナトリウム
CMC ナトリウム

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのナトリウム塩である．

本品は本品を乾燥したものは定量するとき，ナトリウム（Na：22.99）6.5 ～ 8.5 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で，味はない．

本品はメタノール，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水又は温湯を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.2 g を温湯 20 mL にかき混ぜながら加えて溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし，その 1 滴に濃クロモトロープ酸試液 0.5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）の試料溶液 10 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，青色綿状の沈殿を生じる．

（3） 本品 3 g にメタノール 20 mL 及び希塩酸 2 mL を加え，水浴上で 5 分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に水 20 mL を加えた液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を少量ずつ温湯 100 mL にかき混ぜながら溶かし，冷却した液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状　高さ 250 mm，内径 25 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを外管とし，高さ 300 mm，内径 15 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを内管とし，その外管に，本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液を入れ，これを幅 1 mm，間隔 1 mm の 15 本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き，内管を上下して，その上部から観察し，線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する．この操作を 3 回繰り返して得た平均値は，次の比較液を用いて，同様に操作して得た平均値より大きい．

比較液：0.005 mol/L 硫酸 5.50 mL に希塩酸 1 mL，エタノール（95）5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，これに

塩化バリウム試液 2 mL を混和し，10 分間放置した後，よく振り混ぜて用いる．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL に希硝酸 10 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，更に水を加えて 200 mL とする．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を加える（0.640 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）の試料溶液 10 mL に塩酸 1 mL を加えてよく振り混ぜ，水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，洗液を先の上澄液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とし，この液 10 mL に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.960 % 以下）．

（4） ケイ酸塩 本品約 1 g を精密に量り，白金皿に入れ，強熱灰化した後，希塩酸 20 mL を加え，時計皿でふたをして，30 分間穏やかに煮沸する．時計皿をとり，空気を送りながら水浴上で加熱し，蒸発乾固する．更に 1 時間加熱を続けた後，熱湯 10 mL を加え，よくかき混ぜ，定量分析用ろ紙を用いてろ過する．残留物を熱湯で洗い，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙とともに乾燥し，更に恒量になるまで強熱するとき，その量は 0.5 % 以下である．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g に硝酸 20 mL を加え，流動状となるまで弱く加熱する．冷後，硫酸 5 mL を加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸 5 mL を加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 25 mL とする．この液 5 mL を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 5 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する（10 ppm 以下）．

（7） でんぷん （2）の試料溶液 10 mL をとり，ヨウ素試液 2 滴を滴加するとき青色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

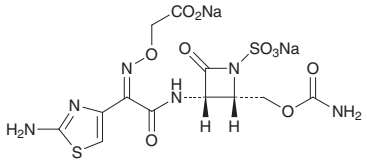
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加え，還流冷却器を付けて 130 ℃ の油浴中で 2 時間加熱する．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 2.299 mg Na

貯 法 容 器 気密容器．

カルモナムナトリウム

Carumonam Sodium



$C_{12}H_{12}N_6Na_2O_{10}S_2$：510.37

Disodium (*Z*)-{(2-aminothiazol-4-yl)[(2*S*,3*S*)-2-carbamoyloxymethyl-4-oxo-1-sulfonatoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy}acetate ［*86832-68-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 850 ～ 920 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，カルモナム（$C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$：466.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．本品は水に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールに極めて溶けにくく，エタノール（99.5）又は酢酸（100）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルモナムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 5.5 ppm 付近に二重線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+18.5 ～ +21.0°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（15 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 1 本品約 0.1 g を精密に量り，移動相に

溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にカルモナムナトリウム標準品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，カルモナムのピークに対する相対保持時間 0.7 の類縁物質の量は 4.0 % 以下であり，カルモナムのピークに対する相対保持時間 0.7 の類縁物質以外の個々の類縁物質の量はそれぞれ 1.0 % 以下である．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）

W_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のカルモナムのピーク面積
A_T：試料溶液のカルモナム以外の個々のピーク面積

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：カルモナムの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たカルモナムのピーク面積が，標準溶液のカルモナムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：本品 40 mg を移動相 20 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，レソルシノールの移動相溶液（9 → 1000）5 mL 及び移動相を加えて 25 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，レソルシノール，カルモナムの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，カルモナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 類縁物質 2　本品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にカルモナムナトリウム標準品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，個々の類縁物質の量はそれぞれ 1.0 % 以下である．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）

W_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のカルモナムのピーク面積
A_T：試料溶液のカルモナムの後に溶出する個々のピーク面積

試験条件
検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．
移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 10000）/メタノール/酢酸（100）混液（74：25：1）
流量：フタル酸 0.01 g を移動相に溶かし，100 mL とする．この液 10 μL を注入するとき，フタル酸の保持時間が約 6.5 分になるように調整する．
面積測定範囲：カルモナムの保持時間の約 10 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たカルモナムのピーク面積が，標準溶液のカルモナムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：本品 40 mg を移動相 20 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，レソルシノールの移動相溶液（9 → 1000）5 mL 及び移動相を加えて 25 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，レソルシノール，カルモナムの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，カルモナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（6） 総類縁物質　類縁物質 1 及び類縁物質 2 で求めた類縁物質の量の合計は 6.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びカルモナムナトリウム標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に 20 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカルモナムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

カルモナム（$C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$）の量［μg(力価)］
＝ W_S ×（Q_T / Q_S）× 1000

W_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　レソルシノールの移動相溶液（9 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 10000）/メタノール/酢酸（100）混液（97：2：1）

流量：カルモナムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，カルモナムの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカルモナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

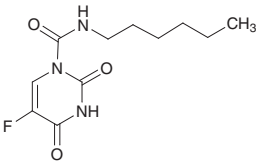
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

カルモフール

Carmofur



$C_{11}H_{16}FN_3O_3$：257.26

5-Fluoro-1-(hexylaminocarbonyl)uracil

[*61422-45-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルモフール（$C_{11}H_{16}FN_3O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 111 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 5 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール/pH 2.0 のリン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液混液（9：1）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール/酢酸（100）混液（99：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/酢酸（100）混液（99：1）を加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/アセトン混液（5：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．次に薄層板を臭素蒸気に 30 秒間さらした後，フルオレセインのエタノール（95）溶液（1 → 2500）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，50 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液 1 mL = 25.73 mg $C_{11}H_{16}FN_3O_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

含糖ペプシン

Saccharated Pepsin

本品はブタ又はウシの胃粘膜から得たペプシンに「乳糖水和物」を混和したもので，たん白消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1 g 当たり 3800 ～ 6000 単位を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品は水にわずかに混濁して溶け，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けない．

本品はやや吸湿性である．

純度試験

（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおいがない．

（2）　酸　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i）　基質溶液　消化力試験法〈*4.03*〉のたん白消化力試験

法の基質溶液 1 を用いる．ただし，pH は 2.0 に調整する．
（ii） 試料溶液　本品約 1250 単位に対応する量を精密に量り，氷冷した 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．
（iii） 標準溶液　含糖ペプシン標準品適量を正確に量り，1 mL 中に約 25 単位を含むように氷冷した 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かす．
（iv） 操作法　消化力試験法〈*4.03*〉のたん白消化力試験法により操作し，試料溶液につき吸光度 A_T 及び A_{TB} を測定する．ただし，沈殿試液はトリクロロ酢酸試液 A を用いる．別に，標準溶液につき，試料溶液と同様に操作し，吸光度 A_S 及び A_{SB} を測定する．本品 1 g 中の単位数は次式により算出する．

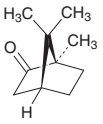
本品 1 g 中の単位数
$= U_S \times \{(A_T - A_{TB}) / (A_S - A_{SB})\} \times (1 / W)$

U_S：標準溶液 1 mL 中の単位数
W：試料溶液 1 mL 中の本品の秤取量（g）

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

d−カンフル

d−Camphor
樟脳



$C_{10}H_{16}O$：152.23
(1*R*,4*R*)−1,7,7−Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan−2−ol
[*464−49−3*]

本品は定量するとき，*d*−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある．
本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく，水に溶けにくい．
本品は室温で徐々に揮散する．

確認試験　本品 0.1 g をメタノール 2 mL に溶かし，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えた後，水浴上で 5 分間加熱するとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+41.0 ～ +43.0°（5 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 177 ～ 182 ℃

純度試験
（1） 水分　本品 1.0 g に二硫化炭素 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は濁らない．
（2） 塩素化合物　本品を粉末とし，その 0.20 g を乾燥した磁性るつぼにとり，過酸化ナトリウム 0.4 g を加え，バーナーで徐々に加熱して完全に分解する．残留物を温湯 20 mL に溶かし，希硝酸 12 mL を加えて酸性とした後，ネスラー管中にろ過し，ろ紙を熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせる．冷後，水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．
比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いて同様に操作する．
（3） 不揮発性残留物　本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華し，更に 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　本品及び *d*−カンフル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，エタノール（99.5）に溶かして 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *d*−カンフルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

d−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：*d*−カンフル標準品の秤取量（mg）

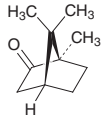
内標準溶液　サリチル酸メチルのエタノール（99.5）溶液（1 → 25）
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：160 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：*d*−カンフルの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，*d*−カンフル，内標準物質の順に流出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *d*−カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

dl−カンフル

dl−Camphor

合成樟脳



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{16}O$：152.23

(1*RS*,4*RS*)−1,7,7−Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan−2−ol

[*76−22−2*]

本品は定量するとき，*dl*−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は室温で徐々に揮散する．

確認試験　本品 0.1 g をメタノール 2 mL に溶かし，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えた後，水浴上で 5 分間加熱するとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−1.5 ～ +1.5°（5 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　175 ～ 180 ℃

純度試験

（1）　水分　本品 1.0 g に二硫化炭素 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は濁らない．

（2）　塩素化合物　本品を粉末とし，その 0.20 g を乾燥した磁性るつぼにとり，過酸化ナトリウム 0.4 g を加え，バーナーで徐々に加熱して完全に分解する．残留物を温湯 20 mL に溶かし，希硝酸 12 mL を加えて酸性とした後，ネスラー管中にろ過し，ろ紙を熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせる．冷後，水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いて同様に操作する．

（3）　不揮発性残留物　本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華し，更に 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物は 1.0 mg 以下である．

定量法　本品及び *dl*−カンフル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，エタノール（99.5）に溶かして 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *dl*−カンフルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

dl−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：*dl*−カンフル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　サリチル酸メチルのエタノール（99.5）溶液（1 → 25）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：*dl*−カンフルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，*dl*−カンフル，内標準物質の順に流出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *dl*−カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

肝油

Cod Liver Oil

本品はマダラ *Gadus macrocephalus* Tilesius 又はスケトウダラ *Theragra chalcogramma* Pallas（*Gadidae*）の新鮮な肝臓及び幽門垂から得た脂肪油である．

本品は定量するとき，1 g につきビタミン A 2000 ～ 5000 単位を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい色の油液で，わずかに魚臭を帯びた特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はクロロホルムと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品 0.1 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，この液 1 mL に塩化アンチモン（Ⅲ）試液 3 mL を加えるとき，液は直ちに青色となるが，この色は速やかに退色する．

比　重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.918 ～ 0.928

酸　価〈*1.13*〉　1.7 以下．

けん化価〈*1.13*〉　180 ～ 192

不けん化物〈*1.13*〉　3.0 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　130 ～ 170

純度試験　変敗　本品を加温するとき，不快な敗油性のにおいを発しない．

定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，ビタミン A 定量法〈*2.55*〉の第 2 法により試験を行う．

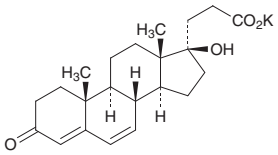
貯　法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　気密容器．

カンレノ酸カリウム

Potassium Canrenoate



$C_{22}H_{29}KO_4$：396.56

Monopotassium 17-hydroxy-3-oxo-17α-pregna-4,6-diene-21-carboxylate ［*2181-04-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カンレノ酸カリウム（$C_{22}H_{29}KO_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は微黄白色～微黄褐色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 2 滴に溶かすとき，液はだいだい色を呈し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．これに無水酢酸 1 滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

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

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

（4） 本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－71 ～ －76°（乾燥後，0.2g，メタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 8.4 ～ 9.4 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） カンレノン　本品 0.40 g をとり，共栓遠心沈殿管に入れ，氷水中で 5℃ 以下に冷却し，これに 5℃ 以下に冷却した pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 6 mL を加えて溶かし，次いで 5℃ 以下に冷却した水 8 mL を加える．これにクロロホルム 10 mL を正確に加え，5℃ 以下で 3 分間放置した後，直ちに 2 分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．水層を除き，クロロホルム層 5 mL を分取し，5℃ 以下に冷却した pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 3 mL 及び 5℃ 以下に冷却した水 4 mL を入れた共栓遠心沈殿管に入れ，1 分間振り混ぜた後，遠心分離する．水層を除き，クロロホルム層 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 283 nm における吸光度を測定するとき，0.67 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105℃，4 時間）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）75 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法．ただし，内部液は飽和塩化カリウム・酢酸（100）溶液に代える）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

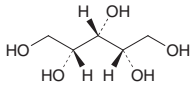
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 39.66 mg $C_{22}H_{29}KO_4$

貯法　容器　気密容器．

キシリトール

Xylitol

キシリット



$C_5H_{12}O_5$：152.15

meso-Xylitol ［*87-99-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，キシリトール（$C_5H_{12}O_5$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2）1 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

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

pH〈*2.54*〉 本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

融　点〈*2.60*〉 93.0 ～ 95.0℃

純度試験

（1） 溶状　本品 5 g を 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 4.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 %

以下).

(4) 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (5 ppm 以下).

(5) ニッケル 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない.

(6) ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (1.3 ppm 以下).

(7) 糖類 本品 5.0 g を水 15 mL に溶かし，希塩酸 4.0 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴中で 3 時間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和する (指示薬：メチルオレンジ試液 2 滴)．更に水を加えて 50 mL とし，その 10 mL をフラスコに量り，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加えて穏やかに 3 分間煮沸した後，放置し，酸化銅 (I) を沈殿させる．次に上澄液をガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し，沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄 (III) 試液 20 mL に溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃ に加熱し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は，1.0 mL 以下である.

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下 (1 g，減圧，酸化リン (V)，24 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：デンプン試液 3 mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.902 mg $C_5H_{12}O_5$

貯 法 容 器 気密容器.

キシリトール注射液

Xylitol Injection

キシリット注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するキシリトール ($C_5H_{12}O_5$：152.15) を含む.

製 法 本品は「キシリトール」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性 状 本品は無色澄明の液で，味は甘い.

確認試験 本品の表示量に従い「キシリトール」0.1 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にキシリトール 0.1 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール (95)/アンモニア水 (28)/水混液 (25：4：3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硝酸銀・アンモニア試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黒褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい.

pH〈2.54〉 4.5 ～ 7.5

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mL 未満.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品のキシリトール ($C_5H_{12}O_5$) 約 5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，次にこの液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「キシリトール」の定量法を準用する.

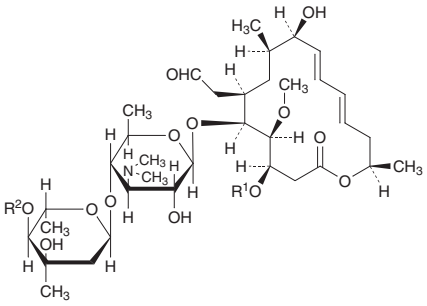
0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.902 mg $C_5H_{12}O_5$

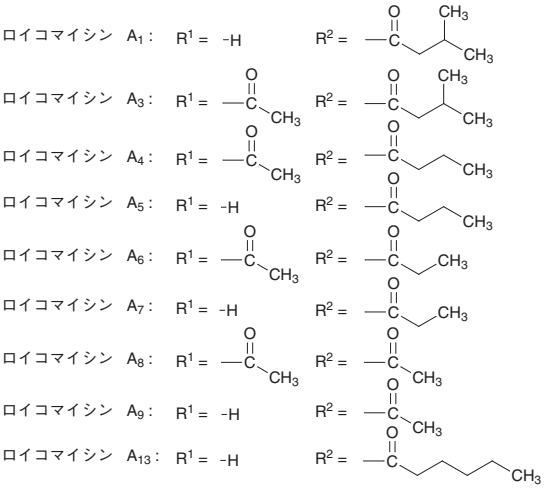
貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

キタサマイシン

Kitasamycin

ロイコマイシン





（ロイコマイシン A_1, A_5, A_7, A_9, A_{13}）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシン A_1：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_5：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_7：acyl = propanoyl

ロイコマインシ A_9：acyl = acetyl

ロイコマイシン A_{13}：acyl = hexanoyl

（ロイコマイシン A_3, A_4, A_6, A_8）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシン A_3：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_4：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_6：acyl = propanoyl

ロイコマイシン A_8：acyl = acetyl

[*1392-21-8*，キタサマイシン]

本品は，*Streptomyces kitasatoensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1450 ～ 1700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93）としての量をキタサマイシン質量（力価）で表し，キタサマイシン 1 mg（力価）はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$）0.530 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

成分含量比　本品 0.02 g を薄めたアセトニトリル（1 → 2）に溶かして 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりロイコマイシン A_5，ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 の量を求めるとき，それぞれ 40 ～ 70 %，5 ～ 25 % 及び 3 ～ 12 % である．ただし，ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 のロイコマイシン A_5 に対する相対保持時間は 1.2 及び 1.5 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（77 → 500）に薄めたリン酸（1 → 150）を加えて pH を 5.5 に調整した液 370 mL にメタノール 580 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：ロイコマイシン A_5 の保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：ロイコマイシン A_5 の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ロイコマイシン A_5 標準品約 20 mg 及びジョサマイシン標準品約 20 mg を薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロイコマイシン A_5，ジョサマイシンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロイコマイシン A_5 のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ⅱ）培地　培地（1）の 1）の ⅰ を用いる．

（ⅲ）標準溶液　ロイコマイシン A_5 標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標

準原液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

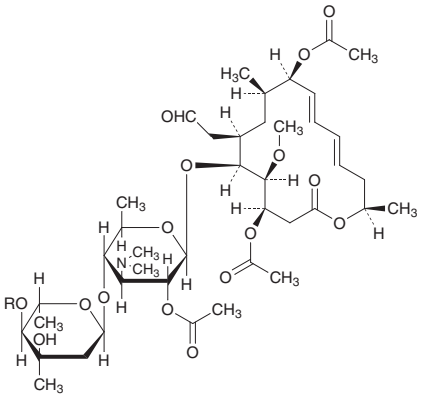
キタサマイシン酢酸エステル

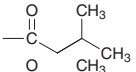
Acetylkitasamycin

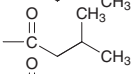
アセチルキタサマイシン

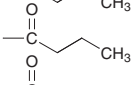
アセチルロイコマイシン

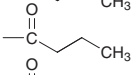
ロイコマイシン酢酸エステル

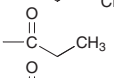


ロイコマイシン A_1 酢酸エステル：　R = 

ロイコマイシン A_3 酢酸エステル：　R = 

ロイコマイシン A_4 酢酸エステル：　R = 

ロイコマイシン A_5 酢酸エステル：　R = 

ロイコマイシン A_6 酢酸エステル：　R = 

ロイコマイシン A_7 酢酸エステル：　R =

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3,9-Diacetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2-*O*-acetyl-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシン A_1 酢酸エステル：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_3 酢酸エステル：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_4 酢酸エステル：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_5 酢酸エステル：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_6 酢酸エステル：acyl = propanoyl

ロイコマイシン A_7 酢酸エステル：acyl = propanoyl

［*178234-32-7*，キタサマイシン酢酸エステル］

本品は，キタサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 680 ～ 790 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93）としての量をキタサマイシンの質量（力価）で表し，キタサマイシン 1 mg（力価）はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$）0.530 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　ロイコマイシン A_5 標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，水を加えて正確に 50 mL とし，よく振り混ぜた後，37 ± 2 ℃ で 24 時間放置する．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

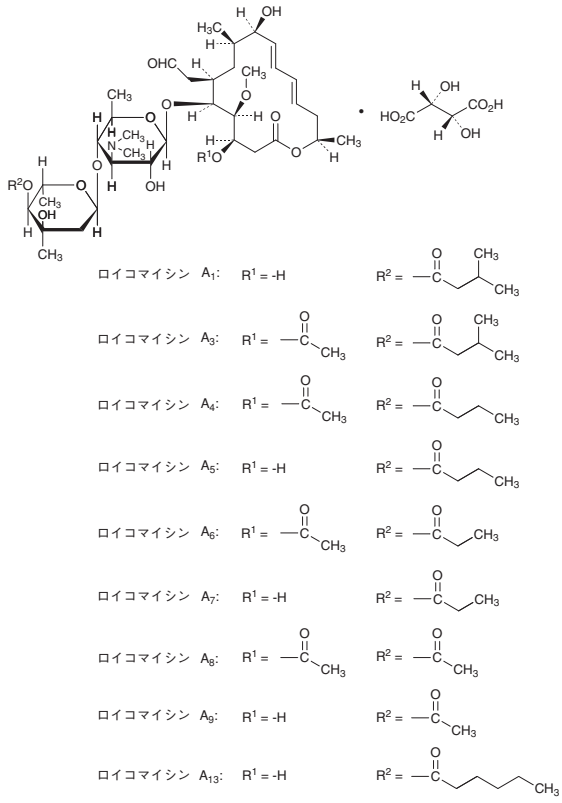
キタサマイシン酒石酸塩

Kitasamycin Tartrate

酒石酸キタサマイシン

酒石酸ロイコマイシン

ロイコマイシン酒石酸塩



（ロイコマイシン A_1, A_5, A_7, A_9, A_{13} 酒石酸塩）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

ロイコマイシン A_1 酒石酸塩：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_5 酒石酸塩：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_7 酒石酸塩：acyl = propanoyl

ロイコマイシン A_9 酒石酸塩：acyl = acetyl

ロイコマイシン A_{13} 酒石酸塩：acyl = hexanoyl

（ロイコマイシン A_3, A_4, A_6, A_8 酒石酸塩）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

ロイコマイシン A_3 酒石酸塩：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_4 酒石酸塩：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_6 酒石酸塩：acyl = propanoyl

ロイコマイシン A_8 酒石酸塩：acyl = acetyl

［*37280-56-1*］

本品は，キタサマイシンの酒石酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1300 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93）としての量をキタサマイシンの質量（力価）で表し，キタサマイシン 1 mg（力価）はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$）0.530 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けやすい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品 1 g を水 20 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え，これに酢酸 *n*-ブチル 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取する．この水層に酢酸 *n*-ブチル 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．分取した液は，酒石酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品　3.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

成分含量比　本品　20 mg を薄めたアセトニトリル（1 → 2）に溶かして 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液　5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりロイコマイシン A_5，ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 の量を求めるとき，それぞれ　40 ～ 70 %，5 ～ 25 % 及び　3 ～ 12 % である．ただし，ロイコマイシン A_4，及びロイコマイシン A_1 のロイコマイシン A_5 に対する相対保持時間は 1.2 及び 1.5 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（77 → 500）に薄めたリン酸（1 → 150）を加えて pH を 5.5 に調整する．この液 370 mL にメタノール 580 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：ロイコマイシン A_5 の保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：ロイコマイシン A_5 の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ロイコマイシン A_5 標準品 20 mg 及びジョサマイシン標準品 20 mg を薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かす．この液　5 μL に

つき，上記の条件で操作するとき，ロイコマイシン A_5，ジョサマイシンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロイコマイシン A_5 のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Bacillus subtilis*** ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液　ロイコマイシン A_5 標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

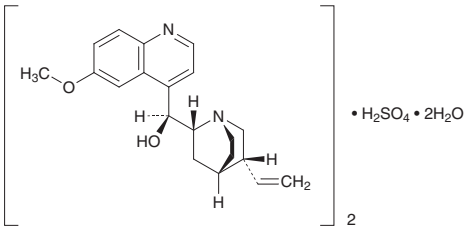
貯　法　容　　器　気密容器．

キニジン硫酸塩水和物

Quinidine Sulfate Hydrate

キニジン硫酸塩

硫酸キニジン



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$：782.94

(9*S*)−6′−Methoxycinchonan−9−ol hemisulfate monohydrate ［*6591−63−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，キニジン硫酸塩〔$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$：746.91〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶で，においはなく，味は極めて苦い．

本品はエタノール（95）又は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．また，本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい．

本品は光によって徐々に暗色となる．

旋光度　〔α〕$_D^{20}$：＋275 ～ ＋287°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 10 mL 及び希硫酸 2 ～ 3 滴を加えて溶かした液は青色の蛍光を発する．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき，液は緑色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え，ガラス棒でかき混ぜ，しばらく放置するとき，白色の沈殿を生じ，これに硝酸を滴加するとき，溶ける．

（4） 本品 0.4 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かした液は，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） クロロホルム・エタノール不溶物　本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）15 mL を加えて 50 ℃ で 10 分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（2） 類縁物質　本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にシンコニン 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジヒドロキニジン硫酸塩は 15.0 % 以下であり，キニーネ硫酸塩及びジヒドロキニーネ硫酸塩は，それぞれ 1.0 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43：5：1：1）

流量：キニジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ 0.01 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニジンの保持時間の約 2 倍の範囲

（3） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 M より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，130 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

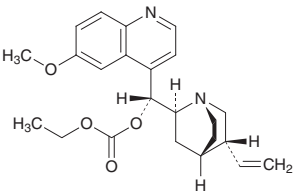
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸(100) 20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 24.90 mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

キニーネエチル炭酸エステル

Quinine Ethyl Carbonate
エチル炭酸キニーネ



$C_{23}H_{28}N_2O_4$：396.48
Ethyl (8*S*,9*R*)-6′-methoxycinchonan-9-yl carbonate
[*83-75-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，キニーネエチル炭酸エステル（$C_{23}H_{28}N_2O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶で，においはなく，味は初めないが，徐々に苦くなる．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）又はエタノール（99.5）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

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

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

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−42.2 ～ −44.0°（脱水物に換算したもの 0.5 g，メタノール，50 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 91 ～ 95 ℃

純度試験

（1） 塩化物　本品 0.30 g に希硝酸 10 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，その 5 mL に硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は変化しない．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸キニーネ 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりキニーネエチル炭酸エステルに対する保持時間比約 1.2 に溶出する主不純物の量を求めるとき，10.0 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のキニーネのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.2 g を水/メタノール混液（1：1）1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 20）で pH 3.5 に調整する．

流量：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間が約 20 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ 5 mg ずつを移動相に溶かし，50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニーネ，ジヒドロキニーネ，キニーネエチル炭酸エステル，キニーネエチル炭酸エステルの主不純物の順に溶出し，キニーネとジヒドロキニーネの分離度が 2.7 以上，キニーネとキニーネエチル炭酸エステルの分離度が 5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たキニーネのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間の約 2 倍の範囲

水　分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）60 mL に溶かし，無水酢酸 2 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行

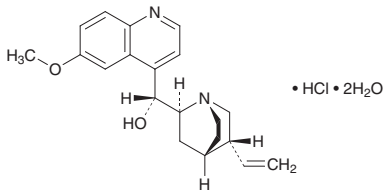
い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.82 mg $C_{23}H_{28}N_2O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

キニーネ塩酸塩水和物

Quinine Hydrochloride Hydrate
塩酸キニーネ
キニーネ塩酸塩



$C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl・$2H_2O$：396.91
(8*S*,9*R*)−6′−Methoxycinchonan−9−ol monohydrochloride dihydrate ［*6119−47−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，キニーネ塩酸塩（$C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl：360.88）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶で，においはなく，味は極めて苦い．

本品はエタノール（99.5）に極めて溶けやすく，酢酸（100），無水酢酸又はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．また，本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい．

本品は光によって徐々に褐色になる．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−245 ～ −255°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）は蛍光を発しないが，その 1 mL に水 100 mL 及び希硫酸 1 滴を加えるとき，青色の蛍光を発する．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき，液は緑色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL に希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分離し，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2） バリウム塩 本品 0.5 g に水 10 mL を加え，加温して溶かし，希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3） クロロホルム・エタノール不溶物 本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）15 mL を加え，50 ℃ で 10 分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（4） 類縁物質 本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にシンコニジン 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により塩酸ジヒドロキニーネの量を求めるとき，10.0 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43：5：1：1）

流量：キニーネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン 10 mg ずつをメタノール 5 mL に溶かし，更に移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニジンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニーネの保持時間の約 2 倍の範囲

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 M より濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.04 mg $C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

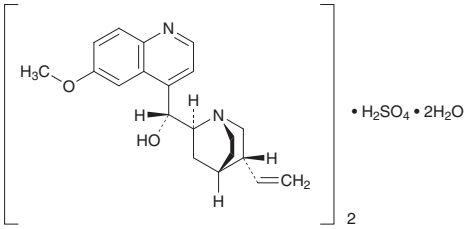
容 器 密閉容器．

キニーネ硫酸塩水和物

Quinine Sulfate Hydrate

キニーネ硫酸塩

硫酸キニーネ



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$：782.94

(8*S*,9*R*)−6′−Methoxycinchonan−9−ol hemisulfate monohydrate ［*6119−70−6*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，キニーネ硫酸塩〔$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$：746.91〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水，エタノール（95），エタノール（99.5）又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

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

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

（3）　本品 0.4 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かした液は，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−235 ～ −245°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液の pH は 5.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　クロロホルム・エタノール不溶物　本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）15 mL を加えて 50 ℃ で 10 分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（3）　類縁物質　本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にシンコニジン 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりジヒドロキニーネ硫酸塩の量を求めるとき，5 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43：5：1：1）

流量：キニーネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン 0.01 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニジンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニーネの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 ～ 5.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 24.90 mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

牛脂

Beef Tallow

SEVUM BOVINUM

本品はウシ *Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin（*Bovidae*）の新鮮な脂肪組織に水を加え，加熱して溶出し，精製して得た脂肪である．

性　状　本品は白色均質の塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けな

い．

本品は低温で砕くことができるが，30 ℃ 以上で軟化する．

融点：42 ～ 50 ℃

酸　価〈*1.13*〉　2.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　193 ～ 200

ヨウ素価〈*1.13*〉　33 ～ 50（試料がシクロヘキサン 20 mL で溶けない場合は，共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす．それでも溶けない場合は，溶剤量を増やす）

純度試験

（1）　水分及び着色度　本品 5.0 g を水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水を分離析出しない．また，この液を 10 mm の層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2）　アルカリ　本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物　本品 1.5 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 20 mL に硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とし，硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加える．

貯　法　容　　器　密閉容器．

乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン

Freeze-dried Inactivated Tissue Culture Rabies Vaccine

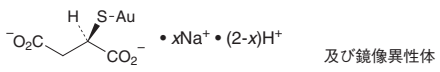
本品は不活化した狂犬病ウイルスを含む乾燥製剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色又は淡黄赤色の澄明な液となる．

金チオリンゴ酸ナトリウム

Sodium Aurothiomalate



及び鏡像異性体

$C_4H_3AuNa_2O_4S$：390.08 と $C_4H_4AuNaO_4S$：368.09 との混合物

Monogold monosodium monohydrogen (2*RS*)-2-Sulfidobutane-1,4-dioate

Monogold disodium (2*RS*)-2-Sulfidobutane-1,4-dioate

［*12244-57-4*，金チオリンゴ酸ナトリウム］

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物に対し，金（Au：196.97）49.0 ～ 52.5 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末又は粒である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって緑色を帯びた淡黄色となる．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL に硝酸カルシウム四水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，これに希硝酸を加えるとき，沈殿は溶ける．更に酢酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL に硝酸銀試液 3 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，過量のアンモニア試液を加えるとき，沈殿は溶ける．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL を磁製るつぼにとり，アンモニア試液 1 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，蒸発乾固した後，強熱する．残留物に水 20 mL を加えてろ過するとき，ろ紙上の残留物は黄色又は暗黄色の粉末又は粒である．

（4）　（3）のろ液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（5）　（3）のろ液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.8 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　エタノール　本品約 0.2 g を精密に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に水 2 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別にエタノール（99.5）3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，エタノールの量は 3.0 % 以下である．

エタノールの量（mg）＝（Q_T / Q_S）× 6 × 0.793

0.793：20 ℃ におけるエタノール（99.5）の密度（g/mL）

内標準溶液　2-プロパノール溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm，300 ～400 m^2/g）を充てんする．

カラム温度：180 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件

で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．ただし，水分気化装置を用いる（加熱温度：105 ℃，加熱時間：30 分）．

定 量 法 本品約 25 mg を精密に量り，王水 2 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用金標準液 5 mL，10 mL 及び 15 mL をそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）の濃度と吸光度の関係から得た検量線を用いて試料溶液の金含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：金中空陰極ランプ

波長：242.8 nm

貯　法

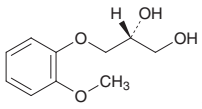
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

グアイフェネシン

Guaifenesin

グアヤコールグリセリンエーテル



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{14}O_4$：198.22

(2*RS*)-3-(2-Methoxyphenoxy)propane-1,2-diol ［*93-14-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グアイフェネシン（$C_{10}H_{14}O_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグアイフェネシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したグアイフェネシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 80 ～ 83 ℃

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.7 g に水 25 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.020 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g に水 25 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により，検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 遊離グアヤコール　本品 1.0 g をとり，水 25 mL を正確に加え，加温して溶かし，冷後，試料溶液とする．別にグアヤコール 0.100 g をとり，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，水 22 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液にヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 1.0 mL 及び 4-アミノアンチピリン溶液（1 → 200）5.0 mL ずつを加え，正確に 5 秒間振り混ぜる．直ちに炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1200）を加えて正確に 100 mL とする．これらの液につき，4-アミノアンチピリン溶液を加えたときから正確に 15 分後に，水 25 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 500 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（6） 類縁物質　本品 1.0 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（40：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びグアイフェネシン標準品を乾燥し，その約 60 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られ

たそれぞれの液の波長 273 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

グアイフェネシン（$C_{10}H_{14}O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

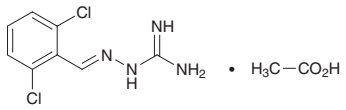
W_S：グアイフェネシン標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

グアナベンズ酢酸塩

Guanabenz Acetate

酢酸グアナベンズ



$C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$：291.13

(*E*)-(2,6-Dichlorobenzylideneamino)guanidine monoacetate［*23256-50-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グアナベンズ酢酸塩（$C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に，尿素 16 g 及び 1-ナフトール 0.2 g を薄めたエタノール（5 → 6）100 mL に溶かした液 0.5 mL を加え，次に *N*-ブロモスクシンイミド試液 1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

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

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

（4）　本品 0.1 g をとり，水 5 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を希塩酸で中和した液は酢酸塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（80：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．更に，この薄層板をヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），50 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.11 mg $C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$

貯　法

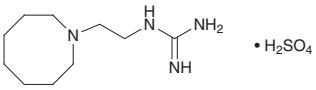
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

グアネチジン硫酸塩

Guanethidine Sulfate

硫酸グアネチジン



$C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$：296.39

1-[2-(Hexahydroazocin-1(2*H*)-yl)ethyl]guanidine monosulfate［*645-43-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グアネチジン硫酸塩（$C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：251 ～ 256 ℃（減圧毛細管，分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 4000）4 mL に 1-ナフトール試液 2 mL，ジアセチル試液 1 mL 及び水 15 mL を加え，30 分間放置するとき，液は赤色を呈する．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.7 ～ 5.7 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸メチルイソチオ尿素　本品 2.0 g を水酸化ナトリウム試液 80 mL に溶かし，10 分間放置する．次に塩酸 60 mL，臭化ナトリウム 2 g 及び水を加えて溶かし，200 mL とし，1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 0.70 mL 及びヨウ化亜鉛デンプン試液 2 mL を加えるとき，液の色は青色である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かした後，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.64 mg $C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$

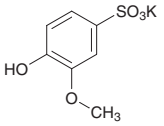
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

グアヤコールスルホン酸カリウム

Potassium Guaiacolsulfonate



$C_7H_7KO_5S$：242.29

Monopotassium 4-hydroxy-3-methoxybenzenesulfonate

［*1321-14-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グアヤコールスルホン酸カリウム（$C_7H_7KO_5S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95），無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品 0.25 g を水に溶かし，500 mL とする．この液 10 mL をとり，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.8 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.030 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.20 g を移動相 200 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグアヤコールスルホン酸カリウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のグアヤコールスルホン酸カリウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：279 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 20 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液（20：1）

流量：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：グアヤコールスルホン酸カリウム 50 mg 及びグアヤコール 50 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，グアヤコール，グアヤコールスルホン酸カリウムの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たグアヤコールスルホン酸カリウムのピーク高さが 10 mm 以上になるように調整する．

面積測定範囲：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間の約 2 倍の範囲

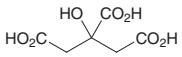
水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.23 mg $C_7H_7KO_5S$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

無水クエン酸
Anhydrous Citric Acid



$C_6H_8O_7$：192.12
2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid ［*77-92-9*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，無水クエン酸（$C_6H_8O_7$）99.5 ～ 100.5 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．◆

◆**確認試験**　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

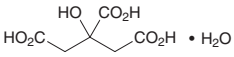
純度試験
（1）　溶状　本品 2.0 g を水に溶かして 10 mL とするとき，液は澄明であり，その色は次の比較液 (1)，比較液 (2) 又は比較液 (3) より濃くない．
比較液 (1)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．
比較液 (2)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 7.2 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．
比較液 (3)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 2.5 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．
（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g を水に溶かして 30 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム 0.181 g を薄めたエタノール (99.5)（3 → 10）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール (99.5)（3 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4.5 mL に塩化バリウム二水和物溶液（1 → 4）3 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液 2.5 mL に試料溶液 15 mL 及び酢酸 (31) 0.5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．
比較液：硫酸カリウム 0.181 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．
（3）　シュウ酸　本品 0.80 g を水 4 mL に溶かした液に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，1 分間煮沸する．2 分間放置後，上澄液をとり，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液（1 → 100）0.25 mL を加え，沸騰するまで加熱した後，急冷する．この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（1 → 20）0.25 mL を加えて振り混ぜた後，30 分間放置するとき，液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない．
比較液：シュウ酸二水和物溶液（1 → 10000）4 mL に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，以下同様に操作する．
◆（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)．◆
（5）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．ただし，90 ℃ で 1 時間加熱し，直ちに急冷する．液の色は色の比較液 K より濃くない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．
強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．
定 量 法　本品約 0.55 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 64.04 mg $C_6H_8O_7$

◆**貯　法　容　　器**　気密容器．◆

クエン酸水和物
Citric Acid Hydrate
クエン酸



$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$：210.14
2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate
［*5949-29-1*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，無水クエン酸（$C_6H_8O_7$：192.12）99.5 ～ 100.5 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．
本品は乾燥空気中で風解する．◆

◆**確認試験**　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，

両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 g を水に溶かして 10 mL とするとき，液は澄明であり，その色は次の比較液（1），比較液（2）又は比較液（3）より濃くない．

比較液（1）：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

比較液（2）：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 7.2 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

比較液（3）：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 2.5 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g を水に溶かして 30 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム 0.181 g を薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4.5 mL に塩化バリウム二水和物溶液（1 → 4）3 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液 2.5 mL に試料溶液 15 mL 及び酢酸（31）0.5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム 0.181 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（3） シュウ酸 本品 0.80 g を水 4 mL に溶かした液に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，1 分間煮沸する．2 分間放置後，上澄液をとり，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液（1 → 100）0.25 mL を加え，沸騰するまで加熱した後，急冷する．この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（1 → 20）0.25 mL を加えて振り混ぜた後，30 分間放置するとき，液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない．

比較液：シュウ酸二水和物溶液（1 → 10000）4 mL に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，以下同様に操作する．

◆（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．ただし，90 ℃ で 1 時間加熱し，直ちに急冷する．液の色は色の比較液 K より濃くない．

水 分〈*2.48*〉 7.5 ～ 9.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.55 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 64.04 mg $C_6H_8O_7$

◆**貯 法 容 器** 気密容器．◆

クエン酸ガリウム（^{67}Ga）注射液

Gallium（^{67}Ga）Citrate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はガリウム-67 をクエン酸ガリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のクエン酸ガリウム（^{67}Ga）注射液の条に適合する．

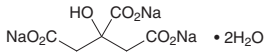
本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性 状 本品は無色～淡赤色澄明の液である．

クエン酸ナトリウム水和物

Sodium Citrate Hydrate

クエン酸ナトリウム



$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$：294.10

Trisodium 2-hydroxypropane-1, 2, 3-tricarboxylate dihydrate［*6132-04-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クエン酸ナトリウム（$C_6H_5Na_3O_7$：258.07）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，清涼な塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はクエン酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 8.5 である．

純度試験

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

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.015 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をとり，水に溶かし，40 mL とする．これに希塩酸 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 酒石酸塩 本品 1.0 g に水 2 mL，酢酸カリウム試液 1 mL 及び酢酸（31）1 mL を加え，ガラス棒で内壁をこするとき，結晶性の沈殿を生じない．

（7） シュウ酸塩 本品 1.0 g に水 1 mL 及び希塩酸 3 mL を加えて溶かし，エタノール（95）4 mL 及び塩化カルシウム試液 0.2 mL を加え，1 時間放置するとき，液は澄明である．

（8） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．ただし，90 ℃ で 1 時間加熱する．液の色は色の比較液 K より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 10.0 ～ 13.0 %（1 g，180 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 30 mL を加え，加温して溶かした後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.602 mg $C_6H_5Na_3O_7$

貯 法 容 器 気密容器．

診断用クエン酸ナトリウム液
Diagnostic Sodium Citrate Solution

本品は定量するとき，クエン酸ナトリウム水和物（$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$：294.10）3.3 ～ 4.3 w/v% を含む．

本品は水性の注射剤の規定を準用する．

製 法

クエン酸ナトリウム水和物	38 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.5

定 量 法 本品 5 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 180 ℃ で 2 時間乾燥した後，これに酢酸（100）30 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.803 mg $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．

輸血用クエン酸ナトリウム注射液
Sodium Citrate Injection for Transfusion

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，クエン酸ナトリウム水和物（$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$：294.10）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

製 法

クエン酸ナトリウム水和物	100 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.5

エンドトキシン〈4.01〉 5.6 EU/mL 未満．

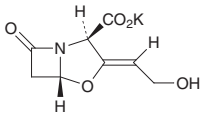
採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 180 ℃ で 2 時間乾燥した後，これに酢酸（100）30 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.803 mg $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．

クラブラン酸カリウム
Potassium Clavulanate



$C_8H_8KNO_5$：237.25

Monopotassium (2*R*,5*R*)-3-[(1*Z*)-2-hydroxyethylidene]-7-oxo-4-oxa-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*61177-45-5*]

本品は，*Streptomyces clavuligerus* の培養によって得られる β ラクタマーゼ阻害活性を有する化合物のカリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 810 ～ 860 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クラブラン酸（$C_8H_9NO_5$：199.16）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）1 mL にイミダゾール試液 5 mL を加え，30 ℃ の水浴中で 12 分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品はカリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋53 ～ ＋63°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 A 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクラブラン酸以外の各々のピーク面積は標準溶液のクラブラン酸のピーク面積より大きくない．また試料溶液のクラブラン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のクラブラン酸のピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えて pH 4.0 に調整する．

移動相 B：移動相 A/メタノール混液（1：1）

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 4	100	0
4 ～ 15	100 → 0	0 → 100
15 ～ 25	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：クラブラン酸の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たクラブラン酸のピーク面積が，標準溶液のクラブラン酸のピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びアモキシシリン 10 mg ずつを移動相 A 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，アモキシシリンの順に溶出し，その分離度は 8 以上であり，クラブラン酸のピークの理論段数は 2500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，クラブラン酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 1.5 % 以下（5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びクラブラン酸リチウム標準品約 12.5 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水 30 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クラブラン酸（$C_8H_9NO_5$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：クラブラン酸リチウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 スルファニルアミド 0.3 g をメタノール 30 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900 mL に溶かし，薄めた酢酸（31）（2 → 5）を用いて pH 4.5 に調整した後，メタノール 30 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

流量：クラブラン酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

グラミシジン

Gramicidin

［1405-97-6］

本品は，*Bacillus brevis* Dubos の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，グラミシジンとしての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 10 mg に 6 mol/L 塩酸試液 2 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴中で 30 分間加熱する．冷後，6 mol/L 水酸化ナトリウム試液で中和した後，ニンヒドリン

試液 1 mL 及びピリジン 0.5 mL を加えて 2 分間加熱するとき，液は青紫色～赤紫色を呈する．

（2） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグラミシジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の比濁法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Enterococcus hirae*** ATCC 10541 を用いる．

（ii） 試験菌移植用カンテン培地 ブドウ糖 10.0 g，カゼイン製ペプトン 5.0 g，酵母エキス 20.0 g，リン酸二水素カリウム 2.0 g，ポリソルベート 80 0.1 g 及び，カンテン 15.0 g をとり，水 1000 mL を加え，滅菌後の pH が 6.7 ～ 6.8 となるように調整した後，滅菌する．

（iii） 試験菌懸濁用液状培地 培地（2）を用いる．

（iv） 試験菌液の調製 試験菌を試験菌移植用カンテン培地約 10 mL を内径約 16 mm の試験管に分注した高層培地に穿刺し，36.5 ～ 37.5 ℃ で 20 ～ 24 時間，少なくとも 3 回継代培養した後，1 ～ 5 ℃ に保存する．この継代培養した菌を試験菌懸濁用液状培地 10 mL に移植し，36.5 ～ 37.5 ℃ で 20 ～ 24 時間培養し，試験菌原液とする．用時，この試験菌原液を試験菌懸濁用液状培地に加え，波長 580 nm における透過率が 50 ～ 60 % になるように調整し，この液 1 容に試験菌懸濁用液状培地 200 容を加え，試験菌液とする．

（v） 標準溶液 グラミシジン標準品適量を 60 ℃ で 3 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，プロピレングリコール 390 mL にエタノール（99.5）/アセトン混液（9：1）210 mL 及び滅菌精製水適量を加えて 1000 mL とした液を加えて 1 mL 中に 0.02 μg（力価）を含む液を調製し，標準溶液とする．

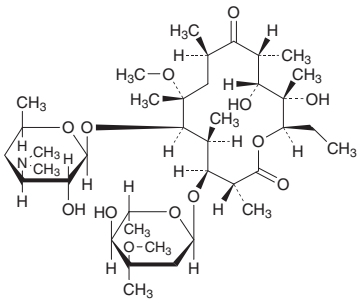
（vi） 試料溶液 本品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，プロピレングリコール 390 mL にエタノール（99.5）/アセトン混液（9：1）210 mL 及び滅菌精製水適量を加えて 1000 mL とした液を加えて 1 mL 中に 0.02 μg（力価）を含む液を調製し，試料溶液とする．

（vii） 操作法 標準溶液 0.155 mL，0.125 mL，0.100 mL，0.080 mL 及び 0.065 mL，試料溶液 0.100 mL，及びプロピレングリコール 390 mL にエタノール（99.5）/アセトン混液（9：1）210 mL 及び滅菌精製水適量を加えて 1000 mL とした液 0.100 mL ずつをとり，それぞれ内径約 14 mm，長さ約 15 cm の試験管 3 本ずつに入れる．各試験管に試験菌液 10 mL を加え，ふたをし，36.5 ～ 37.5 ℃ の水浴中で 180 ～ 270 分間培養する．培養後，ホルムアルデヒド液溶液（1 → 3）0.5 mL を各試験管に加え，波長 580 nm における透過率を測定する．

貯 法 容 器 気密容器．

クラリスロマイシン

Clarithromycin



$C_{38}H_{69}NO_{13}$：747.95

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-11,12-dihydroxy-6-methoxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

[*81103-11-9*]

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1050 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，味は苦い．

本品はアセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて静かに振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（3） 本品及びクラリスロマイシン標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとクラリスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品及びクラリスロマイシン標準品 10 mg ずつをクロロホルム 4 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：5：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧した後，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黒紫色を呈し，それら

の R_f 値は等しい．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−87 ～ −97°（脱水物に換算したもの 0.25 g，クロロホルム，25 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 220 ～ 227 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にクラリスロマイシン標準品約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量は 2.0 % 以下であり，類縁物質の合計は 5.0 % 以下である．なお，0.05 % 未満のピークは削除する．

脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 100$

脱水物に換算した本品中の類縁物質の合計（%）

$= (W_S / W_T) \times (\Sigma A_T / A_S) \times 100$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量（mg）

W_T：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

A_S：標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積

A_T：試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

ΣA_T：試料溶液のクラリスロマイシン以外のピーク面積の合計

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：試料溶液注入後 2 分から主ピークの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 10 μL から得たクラリスロマイシンのピーク面積が標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（2 g）．

定量法　本品及びクラリスロマイシン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 3)/アセトニトリル混液（13：7）

流量：クラリスロマイシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラリスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯法容器　密閉容器．

クラリスロマイシン錠
Clarithromycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 107.0 % に対応するクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$：747.95）を含む．

製　法　本品は「クラリスロマイシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クラリスロマイシン」60 mg（力価）に対応する量をとり，アセトン 40 mL を加え 10 分間振り混ぜた後，毎分 4000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液 30 mL をとり，溶媒を留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2980 cm^{-1}，2940 cm^{-1}，1734 cm^{-1}，1693 cm^{-1}，1459 cm^{-1}，1379 cm^{-1} 及び 1171 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，内標準溶液（1）V/20 mL を正確に加え，更に表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン

($C_{38}H_{69}NO_{13}$) 約 5 mg（力価）を含む液となるように移動相を加えて V mL とし，時々強く振り混ぜながら 20 分間超音波処理を行う．この液を毎分 4000 回転で 15 分間遠心分離した後，上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．以下定量法を準用する．

本品 1 錠中のクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 10)$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液（1） パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 → 1000）
内標準溶液（2） 内標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．

溶 出 性 〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）約 28 μg（力価）を含む液となるように移動相を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にクラリスロマイシン標準品約 28 mg（力価）を精密に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のクラリスロマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠及び 200 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上及び 75 % 以上である．

クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］
C：1 錠中のクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の表示量［mg(力価)］

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラリスロマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 5 個以上をとり，表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）約 8 mg（力価）を含む液となるように，薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 3）を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，表示量に従いクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）100 mg（力価）当たり内標準溶液（1）1 mL を正確に加え，更に表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）約 5 mg（力価）を含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて，時々強く振り混ぜながら 10 分間超音波処理した後，毎分 4000 回転で 15 分間遠心分離し，上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液 2 mL を量り，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に，クラリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液（2）2 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

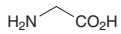
内標準溶液（1） パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 → 1000）
内標準溶液（2） 内標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 3）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（13：7）
流量：クラリスロマイシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を行うとき，クラリスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

グリシン

Glycine

アミノ酢酸



$C_2H_5NO_2$：75.07

Aminoacetic acid ［*56-40-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グリシン（$C_2H_5NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かし，蒸発乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.6 ～ 6.6 である．

純度試験

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

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

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

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

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　類縁物質　本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

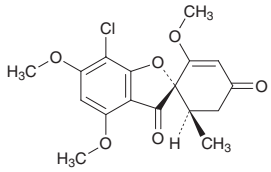
定 量 法　本品を乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 7.507 mg $C_2H_5NO_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

グリセオフルビン

Griseofulvin



$C_{17}H_{17}ClO_6$：352.77

(2*S*,6′*R*)-7-Chloro-2′,4,6-trimethoxy-6′-methylspiro[benzo[*b*]furan-2(3*H*),1′-(cyclohex-2′-ene)]-3,4′-dione ［*126-07-8*］

本品は，*Penicillium griseofulvum* 又は *Penicillium janczewskii* の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 960 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，グリセオフルビン（$C_{17}H_{17}ClO_6$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリセオフルビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+350 ～ +364°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，25 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　218 ～ 222 ℃

純度試験

（1）　酸　本品 0.25 g を中和エタノール 20 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（25 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g に内標準溶液 1 mL を正確に加え，更にアセトンを加えて溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別にグリセオフルビン標準品 5.0 mg に内標準溶液 1 mL を正確に加え，更にアセトンを加えて溶かし，10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するデクロログリセオフルビン（グリセオフルビンに対する相対保持時間約 0.6）のピーク面積の比 Q_1，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するデヒドログリセオフルビン（グリセオフルビンに対する相対保持時間約 1.2）のピーク面積の比 Q_2 及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比 Q_S を求めるとき，Q_1/Q_S は 0.6 以下であり，Q_2/Q_S は 0.15 以下である．

内標準溶液 9,10-ジフェニルアントラセンのアセトン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 4 mm，長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコーンポリマーを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：250 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：270 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：300 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：グリセオフルビンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，内標準溶液のアセトン溶液（1 → 10）を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 μL から得た内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比が標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，グリセオフルビンの順に流出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

（5） 石油エーテル可溶物 本品 1.0 g に石油エーテル 20 mL を加えて振り混ぜ，還流冷却器を付けて 10 分間煮沸する．冷後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル 15 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で石油エーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.2 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びグリセオフルビン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，内標準溶液 20 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

グリセオフルビン（$C_{17}H_{17}ClO_6$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：グリセオフルビン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：グリセオフルビンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリセオフルビン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

グリセリン

Glycerin

グリセロール

$C_3H_8O_3$：92.09

本品は定量するとき，グリセリン（$C_3H_8O_3$）84.0 ～ 87.0 % を含む．

性 状 本品は無色澄明の粘性の液で，味は甘い．

本品は水又はエタノール（99.5）と混和する．

本品は吸湿性である．

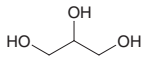
確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.449 ～ 1.454
比　重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.221 ～ 1.230
純度試験
（1） 色　本品 50 mL をネスラー管にとり，上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．
比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.40 mL をネスラー管にとり，水を加えて 50 mL とする．
（2） 液性　本品 2 mL に水 8 mL を混和するとき，液は中性である．
（3） 塩化物〈1.03〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.001 % 以下）．
（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.002 % 以下）．
（5） アンモニウム　本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．
（6） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．
（7） カルシウム （2）の液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき，液は変化しない．
（8） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（9） アクロレイン，ブドウ糖又はその他の還元性物質　本品 1.0 g にアンモニア試液 1 mL を混和し，60 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈しない．また，水浴中から取り出し，直ちに硝酸銀試液 3 滴を加えて 5 分間暗所に放置するとき，液は変色又は混濁しない．
(10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル　本品 50 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL 及び正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を加えて 15 分間煮沸し，冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉するとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 3.0 mL 以下である（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．
(11) 硫酸呈色物　本品 5 mL に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を注意して加え，18 ～ 20 ℃ で徐々に混和し，常温で 1 時間放置するとき，液の色は色の比較液 H より濃くない．
水　分〈2.48〉 13 ～ 17 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．
強熱残分〈2.44〉 本品約 10 g をるつぼに入れて精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸 1 ～ 2 滴で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残分は 0.01 % 以下である．
定 量 法　本品約 0.2 g を共栓三角フラスコに精密に量り，水 50 mL を加えて混和し，過ヨウ素酸ナトリウム試液 50 mL を正確に加えて振り混ぜた後，室温で暗所に約 30 分間放置する．この液に水/エチレングリコール混液（1：1）10 mL を加え，更に約 20 分間放置した後，水 100 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 9.209 mg $C_3H_8O_3$

貯 法 容 器　気密容器．

濃グリセリン
Concentrated Glycerin
濃グリセロール



$C_3H_8O_3$：92.09
Propane-1,2,3-triol ［*56-81-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グリセリン（$C_3H_8O_3$）98.0 ～ 101.0 % を含む．
性　状　本品は無色澄明の粘性の液で，味は甘い．
本品は水又はエタノール（99.5）と混和する．
本品は吸湿性である．
確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.470 以上．
比　重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.258 以上．
純度試験
（1） 色　本品 50 mL をネスラー管にとり，上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．
比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.40 mL をネスラー管にとり，水を加えて 50 mL とする．
（2） 液性　本品 2 mL に水 8 mL を混和するとき，液は中性である．
（3） 塩化物〈1.03〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.001 % 以下）．
（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.002 % 以下）．
（5） アンモニウム　本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．
（6） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．
（7） カルシウム （2）の液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき，液は変化しない．
（8） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（9） アクロレイン，ブドウ糖又はその他の還元性物質　本品 1.0 g にアンモニア試液 1 mL を混和し，60 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈しない．また，水浴中から取り出し，直ちに硝酸銀試液 3 滴を加えて 5 分間暗所に放置するとき，液は変色又は混濁しない．
(10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル　本品 50 g に新たに煮

沸して冷却した水 50 mL 及び正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を加えて 15 分間煮沸し，冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉するとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 3.0 mL 以下である（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

(11) 硫酸呈色物　本品 5 mL に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を注意して加え，18 ～ 20 ℃ で徐々に混和し，常温で 1 時間放置するとき，液の色は色の比較液 H より濃くない．

水　分〈2.48〉　2.0 % 以下（6 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　本品約 10 g をるつぼに入れて精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸 1 ～ 2 滴で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残分は 0.01 % 以下である．

定 量 法　本品約 0.2 g を共栓三角フラスコに精密に量り，水 50 mL を加えて混和し，過ヨウ素酸ナトリウム試液 50 mL を正確に加えて振り混ぜた後，室温で暗所に約 30 分間放置する．この液に水/エチレングリコール混液（1：1）10 mL を加え，更に約 20 分間放置した後，水 100 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 9.209 mg $C_3H_8O_3$

貯 法 容　器　気密容器．

グリセリンカリ液

Glycerin and Potash Solution

製　法

水酸化カリウム	3　g
グリセリン	200 mL
エタノール	250 mL
芳香剤	適 量
常水又は精製水	適 量
全　量	1000 mL

「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」の一部を加えて溶かした後，「グリセリン」，「エタノール」，芳香剤及び残りの「常水」又は「精製水」を加え，ろ過して製する．ただし，「グリセリン」の代わりに対応量の「濃グリセリン」を用いて製することができる．

性　状　本品は無色澄明の液で，芳香がある．

本品の水溶液（1 → 5）の pH は約 12 である．

比重　d_{20}^{20}：約 1.02

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2）はアルカリ性である（水酸化カリウム）．

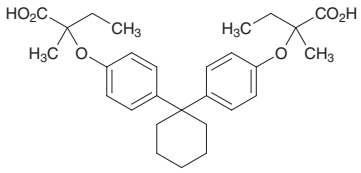
（2）　本品の水溶液（1 → 10）10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

（3）　本品はカリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

貯 法 容　器　気密容器．

クリノフィブラート

Clinofibrate



$C_{28}H_{36}O_6$：468.58

2,2′-(4,4′-Cyclohexylidenediphenoxy)-2,2′-dimethyldibutanoic acid ［*30299-08-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クリノフィブラート（$C_{28}H_{36}O_6$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，におい及び味はない．

本品はメタノール，エタノール（99.5），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 146 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/シクロヘキサン/酢酸（100）混液（12：5：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 50 mg をとり，塩化チオニル 0.4 mL を加え，密栓して，60 ℃ の水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加温した後，減圧，60 ℃ 以下で過剰の塩化チオニルを留去する．残留物を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン

2 mL に溶かし，D−(+)−α−メチルベンジルアミン 0.15 g を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン 5 mL に溶かした液 2 mL を加え，軽く振り混ぜ，10 分間放置した後，減圧，60 ℃ 以下でトルエンを留去する．残留物をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間 40 分付近に近接して現れる 3 個のピークにつき，溶出順にその面積A_a，A_b及びA_cを測定するとき，$A_b/(A_a+A_b+A_c)\times 100$ は 40 ～ 70 である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/2−プロパノール混液（500：3）

流量：クリノフィブラートの 3 つのピークのうち，最初に溶出するピークの保持時間が約 35 分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，3 つのピークが完全に分離するものを用いる．

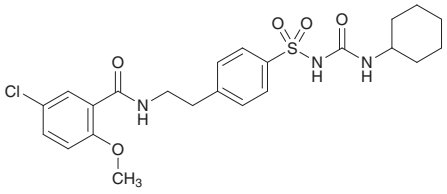
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.45 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL に溶かし，これに水 30 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 23.43 mg $C_{28}H_{36}O_6$

貯 法 容 器 気密容器．

グリベンクラミド

Glibenclamide



$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$：494.00

4−[2−(5−Chloro−2−methoxybenzoylamino)ethyl]−*N*−(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

[*10238−21−8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グリベンクラミド（$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 169 ～ 174 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−プロパノール/クロロホルム/薄めたアンモニア試液（4 → 5）混液（11：7：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．別に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL に水 18 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

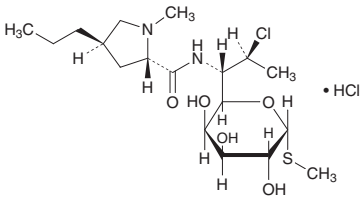
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 49.40 mg $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$

貯 法 容 器 気密容器．

クリンダマイシン塩酸塩

Clindamycin Hydrochloride

塩酸クリンダマイシン



$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S \cdot HCl$：461.44

Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-*threo*-α-D-*galacto*-octopyranoside monohydrochloride ［*21462-39-5*］

本品は，リンコマイシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，1 mg 当たり 759 ～ 902 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験　本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜるとき，液は白濁する．これにペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 0.3 mL を加えて再び振り混ぜ，60 ～ 65 ℃ で 10 分間放置した後，希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青緑色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋135 ～ ＋150°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

水　分〈*2.48*〉　6.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる．

（ⅱ）　培地　培地（1）の 3）の ⅰ を用いる．

（ⅲ）　標準溶液　クリンダマイシン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 250 mL とし，標準原液とする．標準原液は 15 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 250 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

クリンダマイシン塩酸塩カプセル

Clindamycin Hydrochloride Capsules

塩酸クリンダマイシンカプセル

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するクリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98）を含む．

製　法　本品は「クリンダマイシン塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「クリンダマイシン塩酸塩」10 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 2 mL を加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/トルエン/アンモニア水（28）混液（140：60：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに L-酒石酸溶液（1 → 5）500 mL に次硝酸ビスマス試液 50 mL を加えた液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，移動相を加え，30 分間振り混ぜた後，本品の表示量に従い 1 mL 中に「クリンダマイシン塩酸塩」0.75 mg（力価）を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とする．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約 75 mg（力価）を精密に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）の量［mg(力価)］

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

W_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液に 8 mol/L 水酸化カリウム試液を加え，pH 7.5 に調整する．この液 550 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL を加える．

流量：クリンダマイシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件

で操作するとき，クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶 出 性 〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，75 mg カプセルは 15 分後，150 mg カプセルは 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクリンダマイシン塩酸塩約 83 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約 17 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 75 mg カプセルの 15 分間及び 150 mg カプセルの 30 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上である．

クリンダマイシン塩酸塩の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 450$$

W_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

C：1 カプセル中のクリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）の表示量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液に 8 mol/L 水酸化カリウム試液を加え，pH 7.5 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：クリンダマイシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌，培地及び標準溶液は「クリンダマイシン塩酸塩」の定量法を準用する．

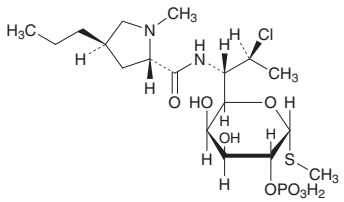
（ⅱ）　試料溶液　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温に放置してジエチルエーテルを揮散し，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「クリンダマイシン塩酸塩」約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて激しく振り混ぜた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に約 100 μg（力価）を含む液を調製し，必要ならばろ過する．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器　気密容器．

クリンダマイシンリン酸エステル

Clindamycin Phosphate

リン酸クリンダマイシン



$C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$：504.96

Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-*threo*-α-D-*galacto*-octopyranoside 2-dihydrogenphosphate

［*24729-96-2*］

本品は，クリンダマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 800 ～ 846 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験　本品を 100 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は 100 ℃ で 2 時間乾燥したクリンダマイシンリン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度 〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+115 ～ +130°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH 〈2.54〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.1 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステルに対する相対保持時間が約 1.8 のクリンダマイシンのピーク面積は，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクリンダマイシンリン酸エステルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の約 7 ～ 13 % になることを確認する．

水 分〈2.48〉 6.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びクリンダマイシンリン酸エステル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 25 mL を正確に加えて溶かした後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：クリンダマイシンリン酸エステル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液（3 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 10.54 g を水 775 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．この液にアセトニトリル 225 mL を加える．

流量：クリンダマイシンリン酸エステルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

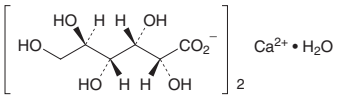
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.5 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

グルコン酸カルシウム水和物

Calcium Gluconate Hydrate

グルコン酸カルシウム



$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$：448.39

Monocalcium di-D-gluconate monohydrate ［299-28-5］

本品を乾燥したものは定量するとき，グルコン酸カルシウム水和物（$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$）99.0 ～ 104.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品及び薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム 10 mg ずつに水 1 mL を加え，加温して溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（95）/水/アンモニア水（28）/酢酸エチル混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，110 ℃ で 20 分間加熱する．冷後，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム（Ⅳ）試液を均等に噴霧し，風乾後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの色調及び R_f 値は等しい．

（2） 本品の水溶液（1 → 40）はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（2）及び（3）を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+6 ～ +11°（乾燥後，0.5 g，水，加温，冷後，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL を加える（0.071 % 以

下)．

(3) 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)．

(4) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g に水 30 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)．

(5) ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g に水 5 mL を加え，加温して溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う (3.3 ppm 以下)．

(6) ショ糖及び還元糖 本品 0.5 g に水 10 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，5 分間放置し，水を加えて 20 mL とし，ろ過する．ろ液 5 mL にフェーリング試液 2 mL を加えて 1 分間煮沸するとき，直ちにだいだい黄色～赤色の沈殿を生じない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下 (1 g，80 ℃，2 時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL 及び NN 指示薬 0.1 g を加え，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

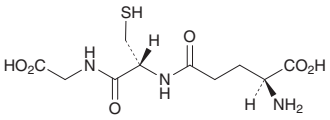
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 22.42 mg $C_{12}H_{22}CaO_{14}\cdot H_2O$

貯法 容器 密閉容器．

グルタチオン

Glutathione

グルタチオン (還元型)



$C_{10}H_{17}N_3O_6S$：307.32

(2*S*)−2−Amino−4−[1−(carboxymethyl)carbamoyl−(2*R*)−2−sulfanylethylcarbamoyl]butanoic acid [*70−18−8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グルタチオン ($C_{10}H_{17}N_3O_6S$) 98.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール (99.5) にほとんど溶けない．

融点：約 185 ℃ (分解)．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−15.5 ～ −17.5° (乾燥後，2 g，水，50 mL，100 mm)．

純度試験

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

(2) 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)．

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下)．

(4) 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグルタチオンの保持時間の約 4 倍の保持時間のピークの面積は，標準溶液のグルタチオンのピーク面積の 3/4 より大きくない．また，試料溶液のグルタチオン以外のピークの合計面積は，標準溶液のグルタチオンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.02 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 3.0 に調整する．この液 970 mL にメタノール 30 mL を加える．

流量：グルタチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグルタチオンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たグルタチオンのピーク面積が，標準溶液のグルタチオンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：グルタチオン 0.05 g，D−フェニルグリシン 0.01 g 及びアスコルビン酸 0.05 g を水 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスコルビン酸，グルタチオン，D−フェニルグリシンの順に溶出し，アスコルビン酸とグルタチオンの分離度及びグルタチオンと D−フェニルグリシンの分離度はそれぞれ 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グルタチオンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間)．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタリン酸溶液 (1 → 50) 50 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ

素液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 30.73 mg $C_{10}H_{17}N_3O_6S$

貯　法　容　　器　気密容器．

クレオソート
Creosote

本品はモクタールから得たフェノール類の混合物である．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は舌をやくようである．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は光を強く屈折する．

本品は光又は空気によって徐々に変色する．

確認試験　本品の飽和水溶液 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈するが，速やかに混濁し，次に青色，汚緑色を経て褐色に変わる．

比　重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.076 以上．

純度試験

（1）　塩基及び炭化水素　本品 1.0 mL に水酸化ナトリウム試液 9 mL を加えて振り混ぜるとき，澄明に溶け，液は暗色を呈しない．これに水 50 mL を追加するとき，液はほとんど澄明である．

（2）　フェノール又は石炭タール製クレオソート　本品に等容量のコロジオンを加えて振り混ぜるとき，にかわ状の物質を生じない．

（3）　他の不純物　本品 1.0 mL に石油ベンジン 2 mL を加え，水酸化バリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，放置するとき，上層は青色又は汚褐色を呈しない．また，下層は赤色を呈しない．

蒸留試験〈2.57〉　200 ～ 220 ℃，85 vol% 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クレゾール
Cresol

C_7H_8O：108.14

本品はクレゾール異性体の混合物である．

性　状　本品は無色又は黄色～黄褐色澄明の液で，フェノールのようなにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にやや溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液はブロモクレゾールパープル試液に対して中性である．

本品は光を強く屈折させる．

本品は光により，また，長く放置するとき，暗褐色となる．

確認試験　本品の飽和水溶液 5 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

比　重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.032 ～ 1.041

純度試験

（1）　炭化水素　本品 1.0 mL を水 60 mL に溶かすとき，その混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水 54 mL に 0.005 mol/L 硫酸 6.0 mL 及び塩化バリウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜた後，5 分間放置する．

（2）　イオウ化合物　本品 20 mL を 100 mL の三角フラスコにとり，フラスコの口に潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙をおき，水浴上で 5 分間加温するとき，酢酸鉛（Ⅱ）紙は黄色を呈することがあっても，褐色又は暗色を呈しない．

蒸留試験〈2.57〉　196 ～ 206 ℃，90 vol% 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クレゾール水
Cresol Solution

本品は定量するとき，クレゾール 1.25 ～ 1.60 vol% を含む．

製　法

クレゾール石ケン液	30 mL
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性　状　本品は黄色の澄明又はわずかに混濁した液で，クレゾールのにおいがある．

確認試験　定量法で得た油層 0.5 mL に水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（1）　試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　試料溶液 5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，淡黄色綿状の沈殿を生じる．

定 量 法　本品 200 mL を正確に量り，500 mL の蒸留フラスコに入れ，塩化ナトリウム 40 g 及び希硫酸 3 mL を加え，蒸留装置を連結する．受器には塩化ナトリウムの粉末 30 g 及び正確にケロシン 3 mL を加えたカシアフラスコを用いて蒸留し，留液が 90 mL になったとき，冷却器の水を除き，蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をやめ，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし，15 分間放置する．次に 15 ℃ に冷却し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして 3 時間以上放置し，析出する油滴を弱く揺り動かし 1 ～ 2 分間放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値（mL）から 3 mL を減じ，クレゾールの量（mL）とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

クレゾール石ケン液

Saponated Cresol Solution

本品は定量するとき，クレゾール 42 ～ 52 vol% を含む．

製　法

クレゾール	500 mL
植物油	300 mL
水酸化カリウム	適 量
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」適量を加えて溶かし，この液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける．けん化が完了した後，「クレゾール」を加えて澄明になるまでよくかき混ぜ，適量の「常水」又は「精製水」を加えて，全量を 1000 mL として製する．ただし，「水酸化カリウム」の代わりに「水酸化ナトリウム」の対応量を使用することができる．

性　状　本品は黄褐色～赤褐色の粘稠性のある液で，クレゾール臭がある．

本品は水，エタノール（95）又はグリセリンと混和する．

本品はアルカリ性である．

確認試験　純度試験（3）の留出した液につき，「クレゾール」の確認試験を準用する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品 0.50 mL に中和エタノール 10 mL を混和し，フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴及び 1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　未けん化物　本品 1.0 mL に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．

（3）　クレゾール留分　本品 180 mL を 2000 mL の蒸留フラスコに入れ，水 300 mL 及び希硫酸 100 mL を加え，水蒸気蒸留を行い，留出液が澄明になったとき，冷却器の水を除き蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，再び冷却水を通じ 5 分間蒸留する．留液に，留液 100 mL 当たり，塩化ナトリウム 20 g を加えて溶かした後，放置して析出する澄明の油層を分取し，乾燥用塩化カルシウムを粉末としたもの 15 g をよく振り混ぜながら，少量ずつ加え，4 時間放置した後，ろ過し，ろ液 50 mL を正確に量り，蒸留するとき 196 ～ 206 ℃ で 43 mL 以上を留出する．

定 量 法　本品 5 mL を正確に量り，500 mL の蒸留フラスコに入れ，用いたピペットは 15 分間垂直に保持して内容液を流出させた後，水 200 mL，塩化ナトリウム 40 g 及び希硫酸 3 mL を加え，蒸留装置を連結し，受器には塩化ナトリウムの粉末 30 g 及び正確にケロシン 3 mL を加えたカシアフラスコを用いて蒸留し，留液が 90 mL になったとき，冷却器の水を除き，蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をやめ，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし，15 分間放置する．次に 15 ℃ に冷却し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして 3 時間以上放置し，析出する油滴を弱く振り動かし 1 ～ 2 分間放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値（mL）から 3 mL を減じクレゾールの量（mL）とする．

貯　法

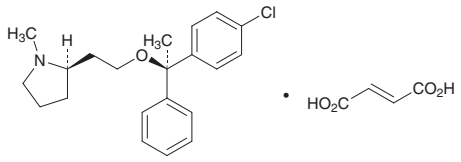
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クレマスチンフマル酸塩

Clemastine Fumarate

フマル酸クレマスチン



$C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$：459.96

(2*R*)−2−{2−[(1*R*)−1−(4−Chlorophenyl)−1−phenylethoxy]ethyl}−1−methylpyrrolidine monofumarate

[*14976−57−9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クレマスチンフマル酸塩（$C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜて溶かすとき，液は黄色を呈する．この液を水 10 mL 中に徐々に滴加するとき，液の色は直ちに消える．

（2）　本品 0.01 g に発煙硝酸 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，薄めた塩酸（1 → 2）2 mL 及び亜鉛粉末 0.2 g を加え，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液に水 20 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液（1 → 50000）5 mL に 4−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 5 mL を加え，10 分間加温するとき，液は赤紫色を呈する．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（5）　本品 0.04 g 及び薄層クロマトグラフィー用フマル酸 0.01 g をとり，それぞれにエタノール（95）/水混液（4：1）2 mL を加えて穏やかに加温して溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/ギ酸/水混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得たスポットのうち R_f 値が大きい方のスポットは，標準溶液から得たスポットと R_f 値が等しい．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16 ～ ＋18°（乾燥後，0.1 g，メタ

ノール，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　176 ～ 180 ℃（分解）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 250 mL とし，標準溶液（1）とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）の 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（90：10：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，直ちに過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 46.00 mg $C_{21}H_{26}ClNO\cdot C_4H_4O_4$

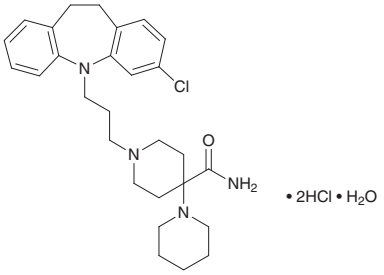
貯 法 容　器　気密容器．

クロカプラミン塩酸塩水和物

Clocapramine Hydrochloride Hydrate

塩酸クロカプラミン

クロカプラミン塩酸塩



$C_{28}H_{37}ClN_4O\cdot 2HCl\cdot H_2O$：572.01

1′-[3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)propyl]-[1,4′-bipiperidine]-4′-carboxamide dihydrochloride monohydrate

［*28058-62-0*，クロカプラミン二塩酸塩］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロカプラミン塩酸塩（$C_{28}H_{37}ClN_4O\cdot 2HCl$：553.99）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95），クロロホルム又はイソプロピルアミンに溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 260 ℃（分解，乾燥後）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）5 mL に硝酸 1 mL を加えるとき，液の色は初め青色を呈し，直ちに濃くなり，更に緑色～黄緑色に変わる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品 0.1 g に水 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をクロロホルム/イソプロピルアミン混液（99：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/イソプロピルアミン混液（99：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：70：40：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 ～ 3.5 %（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.70 mg $C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

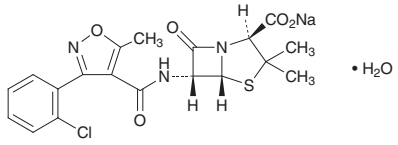
容　　器　気密容器．

クロキサシリンナトリウム水和物

Cloxacillin Sodium Hydrate

クロキサシリンナトリウム

メチルクロルフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S \cdot H_2O$：475.88

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2-chlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate ［*7081-44-9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 960 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クロキサシリン（$C_{19}H_{18}ClN_3O_5S$：435.88）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：+163 ～ +171°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロキサシリン以外の個々のピークの面積は標準溶液のクロキサシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 4.953 g を水 700 mL に溶かし，アセトニトリル 250 mL を加える．この液にリン酸を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：クロキサシリンの保持時間が約 24 分になるように調整する．

面積測定範囲：クロキサシリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たクロキサシリンのピーク面積が，標準溶液のクロキサシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：クロキサシリンナトリウム標準品約 50 mg を正確に量り，適量の移動相に溶かし，グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）5 mL を加え，更に移動相を加えて正確に 50 mL とし，システム適

合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グアイフェネシン，クロキサシリンの順に溶出し，その分離度は 25 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グアイフェネシンのピーク面積に対するクロキサシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ⅱ）　培地　培地（1）の 1）のⅰを用いる．

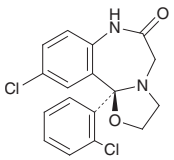
（ⅲ）　標準溶液　クロキサシリンナトリウム標準品約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

クロキサゾラム

Cloxazolam



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$：349.21

(11b*RS*)−10−Chloro−11b−(2−chlorophenyl)−2,3,7,11b−tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2−*d*][1,4]benzodiazepin−6(5*H*)−one　[*24166−13−0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロキサゾラム（$C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けにくく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g にエタノール（99.5）10 mL を加え，加熱して溶かした後，塩酸 1 滴を加えるとき，液は淡黄色を呈し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．また，この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液の色及び蛍光は直ちに消える．

（2）　本品 0.01 g をとり，希塩酸 5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱して溶かし，冷却する．この液 1 mL は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品 2 g を 200 mL のフラスコに量り，エタノール（95）50 mL 及び水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え，還流冷却器を付け 4 時間加熱還流する．冷後，希塩酸で中和した後，ジクロロメタン 30 mL で抽出する．抽出液は無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水し，ろ過した後，ジクロロメタンを留去する．残留物にメタノール 5 mL を加え，水浴上で加熱して溶かした後，氷水中で急冷する．析出した結晶をろ取し，減圧，60 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 87 ～ 91 ℃ である．

（4）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（244 nm）：390 ～ 410（乾燥後，1 mg，エタノール（99.5），100 mL）．

純度試験

（1）　塩 化 物〈*1.03*〉　本 品 1.0 g に 水 50 mL を 加 え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ，硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，穏やかに加熱する．更に時々硝酸 2 ～ 3 mL ずつを追加して液が無色から淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～ 3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とする．この液を検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.05 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにトルエン/アセトン混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

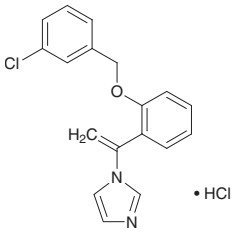
乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.92 mg $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

クロコナゾール塩酸塩

Croconazole Hydrochloride
塩酸クロコナゾール



$C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl：347.24
1-{1-[2-(3-Chlorobenzyloxy)phenyl]vinyl}-1*H*-imidazole monohydrochloride ［*77174-66-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロコナゾール塩酸塩（$C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl）98.5 % 以上を含む．
性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100），メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
確認試験
（1） 本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3） 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，更にジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜる．水層を分取し，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い，希硝酸 2 mL を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．
融 点〈2.60〉 148 ～ 153 ℃
純度試験
（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（2） 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/アンモニア水（28）混液（30：15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．
乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，60 ℃，4 時間）．
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸（100）溶液（1 → 100）1 ～ 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の青緑色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.72 mg $C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

クロスカルメロースナトリウム

Croscarmellose Sodium

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は，セルロースの多価カルボキシメチルエーテル架橋物のナトリウム塩である．
◆**性 状** 本品は白色～帯黄白色の粉末である．
本品はエタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品は水を加えるとき，膨潤し，懸濁液となる．
本品は吸湿性である．◆
確認試験
（1） 本品 1 g にメチレンブルー溶液（1 → 250000）100 mL を加え，よくかき混ぜて放置するとき，青色綿状の沈殿を生じる．
（2） 本品 1 g に水 50 mL を加えてよくかき混ぜ，懸濁液とする．この液 1 mL に水 1 mL 及び用時製した 1-ナフトールのメタノール溶液（1 → 25）5 滴を加え，硫酸 2 mL を管壁に沿って静かに加え層積するとき，液の境界面は赤紫色を呈する．
（3） （2）の懸濁液は，ナトリウム塩の定性反応（1）

〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間かき混ぜるとき，上澄液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

◆（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

◆（2） 塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウム 本品中の塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウムの量の和は 0.5 % 以下である．

（i） 塩化ナトリウム 本品約 5 g を精密に量り，水 50 mL 及び過酸化水素（30）5 mL を加え，時々かき混ぜながら水浴上で 20 分間加熱する．冷後，水 100 mL 及び硝酸 10 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

（ii）グリコール酸ナトリウム 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）2 mL 及び水 5 mL を加え，15 分間かき混ぜる．アセトン 50 mL をかき混ぜながら徐々に加えた後，塩化ナトリウム 1 g を加えて 3 分間かき混ぜ，あらかじめ少量のアセトンで湿らせたろ紙を用いてろ過する．残留物をアセトン 30 mL でよく洗い，洗液はろ液に合わせ，更にアセトンを加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．別にグリコール酸 0.100 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 0.5 mL，1 mL，2 mL，3 mL 及び 4 mL ずつを正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に 5 mL とし，更に酢酸（100）5 mL 及びアセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準原液（1），標準原液（2），標準原液（3），標準原液（4）及び標準原液（5）とする．試料原液，標準原液（1），標準原液（2），標準原液（3），標準原液（4）及び標準原液（5）2 mL ずつを正確に量り，それぞれ水浴中で 20 分間加熱し，アセトンを蒸発する．冷後，2,7–ジヒドロキシナフタレン試液 5 mL を正確に加えて混和した後，更に 2,7–ジヒドロキシナフタレン試液 15 mL を加えて混和し，容器の口をアルミホイルで覆い，水浴中で 20 分間加熱する．冷後，硫酸を加えて正確に 25 mL とし，混和し，試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）とする．別に，水/酢酸（100）混液（1∶1）10 mL にアセトンを加えて正確に 100 mL とし，この液 2 mL を正確に量り，以下試料原液と同様に操作し，空試験液とする．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）につき，空試験液を対照として，紫外可視吸光光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 540 nm における吸光度 A_T，A_{S1}，A_{S2}，A_{S3}，A_{S4} 及び A_{S5} を測定する．標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液 100 mL 中のグリコール酸の量 X（g）を求め，次式によりグリコール酸ナトリウムの量を求める．

グリコール酸ナトリウムの量（%）
$= (X / W) \times 100 \times 1.2890$

W：本品の秤取量（g）◆

◆（3） 水可溶物 本品約 10 g を精密に量り，水 800 mL に分散させ，最初の 30 分間は 10 分ごとに 1 分間かき混ぜる．沈降が遅ければ更に 1 時間放置する．この液を吸引ろ過又は遠心分離する．ろ液又は上澄液約 150 mL の質量を精密に量る．この液を乾固しない程度に加熱濃縮し，更に 105 ℃ で 4 時間乾燥し，残留物の質量を精密に量る．次式により水可溶物の量を求めるとき，1.0 ～ 10.0 % である．

水可溶物の量（%）$= 100W_3(800 + W_1) / W_1W_2$

W_1：本品の秤取量（g）
W_2：ろ液又は上澄液約 150 mL の量（g）
W_3：残留物の量（g）◆

沈降試験 100 mL の共栓メスシリンダーに水 75 mL を入れ，本品 1.5 g を 0.5 g ずつ激しく振り混ぜながら加える．水を加えて 100 mL とし，均一に分散するまでよく振り混ぜた後，4 時間放置するとき，沈下物の容積は 10.0 ～ 30.0 mL である．

置換度 本品約 1 g を精密に量り，500 mL の共栓三角フラスコに入れ，塩化ナトリウム試液 300 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25.0 mL を正確に加え，栓をし，時々振り混ぜながら 5 分間放置する．メタクレゾールパープル試液 5 滴を加え，更にビュレットから 0.1 mol/L 塩酸 15 mL を加え，栓をして振り混ぜる．液が紫色であれば黄色になるまで 0.1 mol/L 塩酸を正確に 1 mL ずつ加え，そのつど振り混ぜる．この液を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の黄色が紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．次式により酸・カルボキシメチル基の置換度 A 及びナトリウム・カルボキシメチル基の置換度 S を求めるとき，$A + S$ は 0.60 ～ 0.85 である．

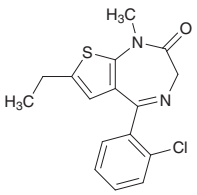
$A = 1150M / (7102 - 412M - 80C)$
$S = (162 + 58A)\,C / (7102 - 80C)$

M：乾燥物に換算した本品 1 g の中和に要する水酸化ナトリウムの量（mol）
C：強熱残分で求めた値（%）

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．
強熱残分〈2.44〉 14.0 ～ 28.0 %（1 g，乾燥物質換算）．
貯 法 容 器 気密容器．

クロチアゼパム

Clotiazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2OS$：318.82

5-(2-Chlorophenyl)-7-ethyl-1-methyl-1,3-dihydro-2*H*-thieno[2,3-*e*][1,4]diazepin-2-one　[*33671-46-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロチアゼパム（$C_{16}H_{15}ClN_2OS$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95），アセトン，酢酸（100）又は酢酸エチルに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，淡黄色の蛍光を発する．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.01 g をとり，薄めた過酸化水素（30）（1 → 5）10 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により操作し，検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，メタノール 15 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込み，ここで得た液を試験液とする．試験液 15 mL に，希硝酸 0.5 mL を加えた液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．また，残りの試験液は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　106 ～ 109 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 C 5 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 10 mL とする．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.015 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.25 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

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

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.88 mg $C_{16}H_{15}ClN_2OS$

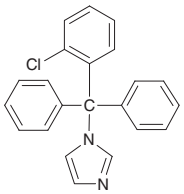
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロトリマゾール

Clotrimazole



$C_{22}H_{17}ClN_2$：344.84

1-[(2-Chlorophenyl)(diphenyl)methyl]-1*H*-imidazole

[*23593-75-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロトリマゾール（$C_{22}H_{17}ClN_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジクロロメタン又は酢酸（100）に溶けやすく，*N*，*N*-ジメチルホルムアミド，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に 5 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両

者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉　142 ～ 145 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g をジクロロメタン 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g を *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にメタノール 10 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） イミダゾール　本品 0.10 g をとり，ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用イミダゾール 25 mg をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム混液（3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15 分間風乾した後，ヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（7） (2−クロロフェニル)−ジフェニルメタノール　本品 0.20 g をとり，ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 (2−クロロフェニル)−ジフェニルメタノール 10 mg をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.48 mg $C_{22}H_{17}ClN_2$

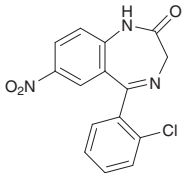
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

クロナゼパム

Clonazepam



$C_{15}H_{10}ClN_3O_3$：315.71

5−(2−Chlorophenyl)−7−nitro−1,3−dihydro−2*H*−1,4−benzodiazepin−2−one ［*1622−61−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロナゼパム（$C_{15}H_{10}ClN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

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

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

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．

比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.25 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にニトロメタン/アセトン混液（10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸 70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.57 mg $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$

貯　法

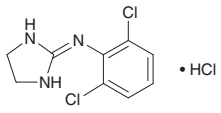
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

クロニジン塩酸塩

Clonidine Hydrochloride

塩酸クロニジン



$C_9H_9Cl_2N_3$・HCl：266.55

2-(2,6-Dichlorophenylimino)imidazolidine monohydrochloride ［*4205-91-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロニジン塩酸塩（$C_9H_9Cl_2N_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL にドラーゲンドルフ試液 6 滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（2） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.5 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（4 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/1,4-ジオキサン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（10：8：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 100 ℃ で 1 時間乾燥した後，次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15 分間風乾する．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くなく，かつ主スポット及び原点のスポット以外のスポットのうち標準溶液（1）から得たスポットより濃いスポットは 3 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

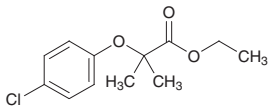
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.66 mg $C_9H_9Cl_2N_3$・HCl

貯　法　**容　　器**　気密容器．

クロフィブラート

Clofibrate



$C_{12}H_{15}ClO_3$：242.70

Ethyl 2-(4-chlorophenoxy)-2-methylpropanoate

[*637-07-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，クロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～淡黄色の澄明な油状の液で，特異なにおいがあり，味は初め苦く後に甘い．

本品はメタノール，エタノール（95），エタノール（99.5），ジエチルエーテル又はヘキサンと混和し，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はクロフィブラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はクロフィブラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロフィブラート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.500 ～ 1.505

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.137 ～ 1.144

純度試験

（1）　**酸**　本品 2.0 g を中和エタノール 100 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　**重金属**〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　**ヒ素**〈*1.11*〉　本品 5.0 g に硝酸 20 mL 及び硫酸 5 mL を加え，白煙が発するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸 5 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱し，冷後，水を加えて 25 mL とする．この液 5 mL を検液とし，試験を行う．

標準色：本品を用いないで同様に操作して調製した液 5 mL を発生瓶にとり，ヒ素標準液 2.0 mL を加え，以下検液の試験と同様に操作する（2 ppm 以下）．

（4）　**4-クロロフェノール**　本品 1.0 g をとり，内標準溶液 1 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 5 mL とし，試料溶液とする．別に 4-クロロフェノール 0.010 g をとり，ヘキサン/2-プロパノール混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヘキサン/2-プロパノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 6 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対する 4-クロロフェノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　4-エトキシフェノールの移動相溶液（1 → 30000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/2-プロパノール/酢酸（100）混液（1970：30：1）

流量：クロフィブラートの保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：クロフィブラート 10.0 g，4-クロロフェノール 6 mg 及び 4-エトキシフェノール 6 mg をヘキサン 1000 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロフィブラート，4-クロロフェノール，4-エトキシフェノールの順に溶出し，クロフィブラートと 4-クロロフェノールの分離度が 5 以上及び 4-クロロフェノールと 4-エトキシフェノールの分離度が 2.0 以上のものを用いる．

水　分〈*2.48*〉　0.2 % 以下（5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて水浴中でしばしば振り混ぜながら 2 時間加熱する．冷後，直ちに過量の水酸化カリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 24.27 mg $C_{12}H_{15}ClO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロフィブラートカプセル

Clofibrate Capsules

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応する

クロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$：242.70）を含む．

製　法　本品は「クロフィブラート」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　カプセルを切り開き，内容物を取り出し，試料とする．試料のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．また，試料のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 224 ～ 228 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　4-クロロフェノール　本品 20 個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，よく混和したもの 1.0 g をとり，以下「クロフィブラート」の純度試験（4）を準用する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，カプセルをジエチルエーテル少量で洗い，室温で放置してジエチルエーテルを除いた後，質量を精密に量る．カプセル内容物のクロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて試料溶液とする．別にクロフィブラート標準品約 0.1 g を精密に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロフィブラートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したクロフィブラート標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　イブプロフェンの移動相溶液（1 → 100）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（3：2）

流量：クロフィブラートの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：クロフィブラート 0.05 g 及びイブプロフェン 0.3 g をアセトニトリル 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イブプロフェン，クロフィブラートの順に溶出し，分離度が 6 以上のものを用いる．

貯　法

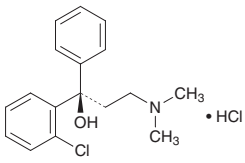
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

クロフェダノール塩酸塩

Clofedanol Hydrochloride

塩酸クロフェダノール



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$：326.26

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-3-dimethylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride ［*511-13-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロフェダノール塩酸塩（$C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 190 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.05 g をメタノール 25 mL に溶かし．試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロフェダノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロフェダノールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸カリウム 1.34 g を薄めたリン酸（1 → 1000）に溶かし，1000 mL とする．この液 650 mL にメタノール 350 mL を加える．

流量：クロフェダノールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 0.01 g ずつをメタノールに溶かし，100 mL とする．この液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロフェダノール，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 3 μL から得たクロフェダノールのピーク高さがフルスケールの 20 ～ 50 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロフェダノールの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）15 mL に溶かし，無水酢酸 35 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

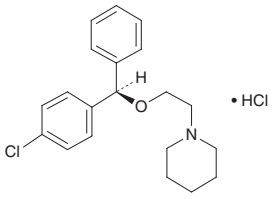
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.63 mg $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

クロペラスチン塩酸塩

Cloperastine Hydrochloride

塩酸クロペラスチン



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$：366.32

1-{2-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethoxy]ethyl}piperidine monohydrochloride ［*14984-68-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロペラスチン塩酸塩（$C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL にアンモニア試液 2 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，ジエチルエーテル 20 mL で洗い，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 148 ～ 152 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 40 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロペラスチンに対する保持時間の比が約 0.8 及び約 3.0 のピークの面積は，それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積より大きくなく，かつ，保持時間の比が約 2.0 のピークの面積は標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 5/3 より大きくない．また，試料溶液のクロペラスチン及び上記のピーク以外のピーク面積は，それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 3/5 よりも大きくない．更に，それらのピークの合計面積は，標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：222 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液/過塩素酸混液（500：250：1）

流量：クロペラスチンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.03 g 及びベンゾフェノン 0.04 g を移動相 100 mL に溶かす．この液 2.0 mL をとり，移動相を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロペラスチン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たクロペラスチンのピーク高さがフルスケールの約 30 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロペラスチンの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水

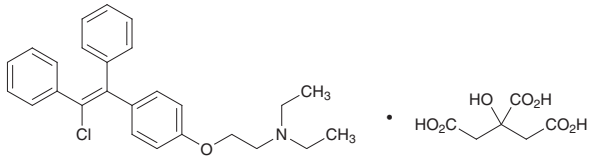
酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.63 mg $C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

クロミフェンクエン酸塩

Clomifene Citrate
クエン酸クロミフェン



$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$：598.08
2-[4-(2-Chloro-1,2-diphenylvinyl)phenoxy]-*N*,*N*-diethylethylamine monocitrate ［*50-41-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはない．
本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品は光によって徐々に着色する．
融点：約 115 ℃

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液（1 → 200）2 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．
（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロミフェンクエン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品のメタノール溶液（1 → 200）はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g をメタノール 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 0.10 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，ジエチルエーテル 15 mL ずつで 3 回抽出する．ジエチルエーテル層を合わせ，水 20 mL で洗った後，ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 10 g を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過し，ジエチルエーテルを留去する．残留物をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．保持時間 20 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.3 ～ 0.5 である．
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 1 m の管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：195 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：クロミフェンクエン酸塩の 2 つのピークのうち先に流出するピークの保持時間が約 20 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：試料溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，2 つのピークの分離度は 1.3 以上である．
システムの再現性：試料溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，$A_b/(A_a+A_b)$ の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 59.81 mg $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

クロミフェンクエン酸塩錠

Clomifene Citrate Tablets
クエン酸クロミフェン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するクロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$：598.08）を含む．

製　法　本品は「クロミフェンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロミフェンクエン酸塩」1 g に対応する量をとり，クロロホルム 100 mL を加えて激しく振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で濃縮し，室温で放置した後，析出する結晶をろ取し，少量のクロロホルムで洗う．この結晶につき，「クロミフェンクエン酸塩」の確認試験（1）及び（3）を準用する．
（2）　（1）の結晶の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）

につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 233 ～ 237 nm 及び 290 ～ 294 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液の一部をとり，遠心分離した後，上澄液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロミフェンクエン酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

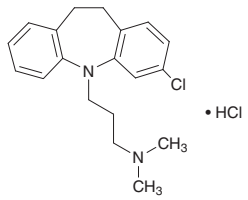
クロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

クロミプラミン塩酸塩

Clomipramine Hydrochloride
塩酸クロミプラミン



$C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$：351.31
3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride
[*17321-77-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，アセトンに溶けにくく，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg を硝酸 1 mL に溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 1 g を分液漏斗にとり，水 10 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する〔水層は確認試験（4）に使用〕．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 20 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，少量の無水硫酸ナトリウムで乾燥し，ろ過する．ろ液は水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する．残留物につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

（4） （3）で得た水層に希硝酸を加えて中性とした液は，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

融 点〈2.60〉 192 ～ 196 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に塩酸イミプラミン 20 mg を量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．更に試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/アンモニア水（28）混液（15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.13 mg $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

クロム酸ナトリウム（^{51}Cr）注射液

Sodium Chromate（^{51}Cr）Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はクロム-51 をクロム酸ナトリウムの形で含む．

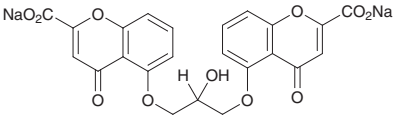
本品は放射性医薬品基準のクロム酸ナトリウム（^{51}Cr）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，においはないか，又は保存剤によるにおいがある．

クロモグリク酸ナトリウム

Sodium Cromoglicate



$C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$：512.33

Disodium 5,5′-(2-hydroxytrimethylenedioxy)bis(4-oxo-4*H*-1-benzopyran-2-carboxylate)［*15826-37-6*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，クロモグリク酸ナトリウム（$C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は初めはないが，後にわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，プロピレングリコールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，2-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光により徐々に黄色を帯びる．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，1 分間煮沸するとき，液は黄色を呈し，冷後，濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液 0.5 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品の pH 7.4 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.50 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 40 mL を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 6 滴を加え，試料溶液とする．試料溶液 20 mL に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.25 mL を加えるとき，液の色は青色である．また，試料溶液 20 mL に 0.1 mol/L 塩酸 0.25 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　シュウ酸塩　本品 0.25 g をとり，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にシュウ酸二水和物 0.049 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸鉄試液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とする．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 480 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より小さくない．

（5）　類縁物質　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/酢酸（100）混液（9：9：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品約 0.18 g を精密に量り，プロピレングリコール 25 mL 及び 2-プロパノール 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，1,4-ジオキサン 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 25.62 mg $C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$

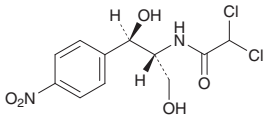
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロラムフェニコール

Chloramphenicol



$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13

2,2-Dichloro-*N*-[(1*R*,2*R*)-1,3-dihydroxy-1-(4-nitrophenyl)propan-2-yl]acetamide　［*56-75-7*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 980 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の定量法で得られた試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：＋18.5 ～ ＋21.5°（1.25 g，エタノール（99.5），25 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 150 ～ 155 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（25 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（79：14：7）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットの合計は，2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品及びクロラムフェニコール標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノール 20 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

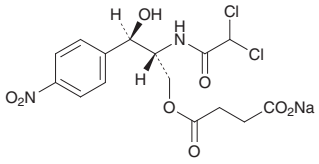
W_S：クロラムフェニコール標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　**容　器**　気密容器．

クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム

Chloramphenicol Sodium Succinate

コハク酸クロラムフェニコールナトリウム



$C_{15}H_{15}Cl_2N_2NaO_8$：445.18

Monosodium (2*R*,3*R*)-2-(dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-3-(4-nitrophenyl)propan-1-yl succinate ［*982-57-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 711 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{25}$：＋5 ～ ＋8°（脱水物に換算したもの 1.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.4 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～帯黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（1.0 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，

水に溶かして正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にクロラムフェニコールコハク酸エステル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水約 50 mL を加えて懸濁する．液をかき混ぜながら 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液約 7 mL を徐々に加えて pH 7.0 とする．この液に水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

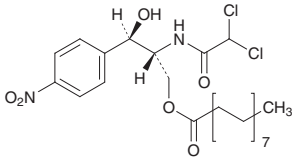
W_S：クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　密封容器．

クロラムフェニコールパルミチン酸エステル

Chloramphenicol Palmitate

パルミチン酸クロラムフェニコール



$C_{27}H_{42}Cl_2N_2O_6$：561.54

(2*R*,3*R*)−2−(Dichloroacetyl)amino−3−hydroxy−3−(4−nitrophenyl)propan−1−yl palmitate　［*530−43−8*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 558 ～ 587 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 33000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品 5 mg ずつをアセトン 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：+21 ～ +25°（乾燥物に換算したもの 1 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉　91 ～ 96 ℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，試料溶液及び標準溶液調製後，30 分以内に次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の 3.5 倍より大きくない．ただし，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルに対する相対保持時間約 0.5 及び約 5.0 のクロラムフェニコール及びクロラムフェニコールジパルミチン酸エステルのピーク面積はそれぞれ感度係数 0.5 及び 1.4 を乗じて補正する．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 50 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピークの理論段数は 5000 段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60

℃，3 時間）．

定 量 法 本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品約 37 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノール 40 mL 及び酢酸（100）1 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸（100）混液（172：27：1）

流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピークの理論段数は 2400 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

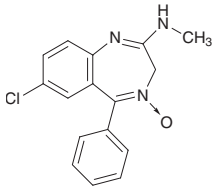
貯 法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルジアゼポキシド

Chlordiazepoxide



$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75

7-Chloro-2-methylamino-5-phenyl-3*H*-1,4-benzodiazepin-4-oxide ［*58-25-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルジアゼポキシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルジアゼポキシド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.20 g をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別に薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 25 μL 並びに標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）混液（19：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，この薄層板に亜硝酸ナトリウムの 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100）を均等に噴霧し，1 分間放置後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は上澄液の紫色が青紫色を経て青色に変わるとき

とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.98 mg $C_{16}H_{14}ClN_3O$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

クロルジアゼポキシド散
Chlordiazepoxide Powder

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75）を含む．

製　法　本品は「クロルジアゼポキシド」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 244 ～ 248 nm 及び 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示し，288 ～ 292 nm に吸収の極小を示す．
（2）　本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.02 g に対応する量をとり，メタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，ろ液に窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物を 60 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1625 cm^{-1}，1465 cm^{-1}，1265 cm^{-1}，850 cm^{-1} 及び 765 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」50 mg に対応する量をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品 50 mg をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．更に薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン 5.0 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 25 μL 並びに標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験（2）を準用する．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 10 mL を正確に加え，本品をよく潤した後，メタノール 90 mL を正確に加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水 10 mL 及びメタノール 90 mL を正確に加えて溶かす．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　サリチル酸イソブチルのメタノール溶液（1 → 20）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/0.02 mol/L リン酸二水素アンモニウム試液混液（7：3）
流量：クロルジアゼポキシドの保持時間が約 5 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルジアゼポキシド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

クロルジアゼポキシド錠
Chlordiazepoxide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75）を含む．

製　法　本品は「クロルジアゼポキシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 244 ～ 248 nm 及び 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示し，288 ～ 292 nm に吸収の極小を示す．
（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシ

ド」0.01 g に対応する量をとり，ジエチルエーテル 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液 5 mL をとり，水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する．残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1625 cm^{-1}，1465 cm^{-1}，1265 cm^{-1}，850 cm^{-1} 及び 765 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」50 mg に対応する量をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品 50 mg をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．更に薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロルベンゾフェノン 5.0 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 25 μL 並びに標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験（2）を準用する．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）約 3.7 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用クロルジアゼポキシドをデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 4 時間乾燥し，その約 12 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 27$$

W_S：定量用クロルジアゼポキシドの秤取量(mg)

C ：1 錠中のクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の表示量（mg）

定量法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）約 0.1 g に対応する個数をとり，水 10 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール 60 mL を加えて更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．この上澄液 10 mL を正確に量り，次に内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水 1 mL 及びメタノールを加えて溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10$$

W_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 サリチル酸イソブチルのメタノール溶液（1 → 20）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.02 mol/L リン酸二水素アンモニウム試液混液（7：3）

流量：クロルジアゼポキシドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルジアゼポキシド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

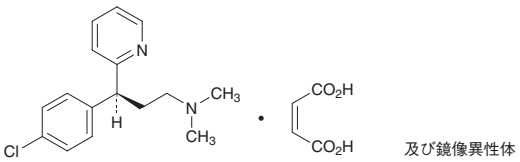
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩

Chlorpheniramine Maleate

マレイン酸クロルフェニラミン



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86

(3*RS*)-3-(4-Chlorophenyl)-*N*,*N*-dimethyl-3-pyridin-2-ylpropylamine monomaleate ［*113-92-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*-クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色の微細な結晶である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にマレイン酸 56 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール/酢酸（100）/水混液（70：20：7：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットのうち，1 個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様の濃さであり，それらの R_f 値は等しい．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

融　点〈2.60〉 130 ～ 135 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン以外のピークの面積は，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の 2/3 より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 8.57 g 及びリン酸 1 mL を水に溶かして 1000 mL とする．この液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルフェニラミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たクロルフェニラミンのピーク面積が，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.54 mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯　法

保存条件 遮光して保存する．

容　　器 気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩散

Chlorpheniramine Maleate Powder

マレイン酸クロルフェニラミン散

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応する *dl*−クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）を含む．

製　法 本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」50 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を分液漏斗に移し，ヘキサン 40 mL で洗う．次に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン層に水 5 mL を加え，水洗いする．必要ならば遠心分離し，ヘキサン抽出液に無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を約 50 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1}，2810 cm^{-1}，

2770 cm^{-1}, 1589 cm^{-1}, 1491 cm^{-1}, 1470 cm^{-1}, 1434 cm^{-1}, 1091 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

粒　度〈*6.03*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 70 mL を加え，15 分間振り混ぜる．更に内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 1000）7 mL に水を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）10 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルフェニラミンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩錠

Chlorpheniramine Maleate Tablets

マレイン酸クロルフェニラミン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応する *dl*–クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）を含む．

製　法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」50 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を分液漏斗に移し，ヘキサン 40 mL で洗う．次に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン層に水 5 mL を加え，水洗いする．必要ならば遠心分離し，ヘキサン抽出液に無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を約 50 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1}, 2810 cm^{-1}, 2770 cm^{-1}, 1589 cm^{-1}, 1491 cm^{-1}, 1470 cm^{-1}, 1434 cm^{-1}, 1091 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 10 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．1 mL 中にクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 80 μg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2.5 mL を正確に加え，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 250)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 250）7 mL に水を加えて 1000 mL とする．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 70 mL を加え，15 分間振り混ぜる．更に内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，

その約 20 mg を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 1000）7 mL に水を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）10 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルフェニラミンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液

Chlorpheniramine Maleate Injection
マレイン酸クロルフェニラミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応する *dl*–クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）を含む．

製　法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：4.5 ～ 7.0

確認試験　本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」25 mg に対応する容量をとり，希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン層は水 10 mL を加えて洗い，無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を 50 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1}，2810 cm^{-1}，2770 cm^{-1}，1589 cm^{-1}，1491 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1434 cm^{-1}，1091 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

エンドトキシン〈4.01〉　8.8 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 3 mg に対応する容量を正確に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，水 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えた後，ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 20 mL で洗い，次に 0.25 mol/L 硫酸試液 20 mL，20 mL 及び 5 mL で抽出する．全抽出液を合わせ，0.25 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.25 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えた後，ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

クロルフェニラミン・カルシウム散

Chlorpheniramine and Calcium Powder

本品は定量するとき，クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）0.27 ～ 0.33 % を含む．

製　法

クロルフェニラミンマレイン酸塩	3 g
リン酸水素カルシウム水和物	800 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は白色である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す（クロルフェニラミンマレイン酸塩）．

（2）　本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品 0.5 g に希硝酸 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過した液はリン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品 1 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 0.01 g をメタノール 17 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（73：15：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，30 mL の共栓遠心沈殿管に入れ，0.05 mol/L 硫酸 20 mL を加えて 5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．更にこの操作を 2 回行い，全抽出液を合わせ，200 mL の分液漏斗にとり，ジエチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜた後，5 分間放置する．水層を分取し，乾燥ろ紙を用いて別の分液漏斗にろ過する．ジエチルエーテル層は 0.05 mol/L 硫酸 10 mL ずつで 2 回抽出し，抽出液をろ過し，先の分液漏斗の水層に合わせる．ろ紙は 0.05 mol/L 硫酸 5 mL で洗い，洗液は先の分液漏斗の水層に合わせる．この液にアンモニア試液 10 mL を加え，ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 20 mL で洗い，次に 0.25 mol/L 硫酸 20 mL ずつで 2 回及び 5 mL で 1 回抽出する．全抽出液を合わせ，0.25 mol/L 硫酸を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 75 mg を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸 10 mL に溶かし，更に 0.05 mol/L 硫酸を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を 200 mL の分液漏斗にとり，0.05 mol/L 硫酸 58 mL を加え，更にジエチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.25 mol/L 硫酸を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 265 nm おける吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量(mg)
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 50)$

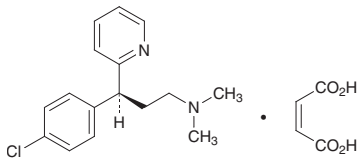
W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯　法　**容　　器**　密閉容器．

d−クロルフェニラミンマレイン酸塩

d−Chlorpheniramine Maleate

d−マレイン酸クロルフェニラミン



$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86

(3*S*)−3−(4−Chlorophenyl)−*N*,*N*−dimethyl−3−pyridin−2−ylpropylamine monomaleate ［*2438−32−6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*d*−クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にマレイン酸 56 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール/酢酸（100）/水混液（70：20：7：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から

得た 2 個のスポットのうち，1 個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様の濃さであり，その R_f 値は約 0.4 である．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+39.5 ～ +43.0°（乾燥後，0.5 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

融　点〈2.60〉 111 ～ 115 ℃

純度試験

（1）溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）類縁物質　本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及び *d*-クロルフェニラミン以外のピークの面積は，標準溶液の *d*-クロルフェニラミンのピーク面積の 2/3 より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液の *d*-クロルフェニラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 8.57 g 及びリン酸 1 mL を水に溶かして 1000 mL とする．この液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から *d*-クロルフェニラミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得た *d*-クロルフェニラミンのピーク面積が，標準溶液の *d*-クロルフェニラミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*d*-クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*d*-クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，65 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.54 mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯　法

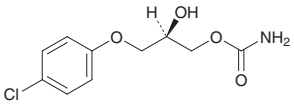
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル

Chlorphenesin Carbamate

カルバミン酸クロルフェネシン



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_4$：245.66

(2*RS*)-3-(4-Chlorophenoxy)-2-hydroxypropyl carbamate

[*886-74-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステル（$C_{10}H_{12}ClNO_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノール，エタノール（95）又はピリジンに溶けやすく，2-プロパノールにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に溶けにくく，ヘキサンにほとんど溶けない．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）本品のエタノール（95）溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉 88 ～ 91 ℃

純度試験

（1）重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール（95）20 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（2）ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質

（i） クロルフェネシン-2-カルバメート 本品 0.10 g を液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液（7：3）20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積 A_a 及びクロルフェネシン-2-カルバメートのピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.007 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール/酢酸（100）混液（700：300：1）

流量：クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液（7：3）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液（7：3）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.1 g をメタノール 50 mL に溶かす．この液 25 mL に希水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え，60 ℃ で 20 分間加温する．この液 20 mL に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え，酢酸エチル 20 mL を加えてよく振り混ぜ，静置して，酢酸エチル層を分取する．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルフェネシン，クロルフェネシンカルバミン酸エステル，クロルフェネシン-2-カルバメートの順に溶出し，クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時間に対するクロルフェネシン及びクロルフェネシン-2-カルバメートの保持時間の比は，約 0.7 及び約 1.2 であり，クロルフェネシンとクロルフェネシンカルバミン酸エステルの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（ii） その他の類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（17：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 20 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

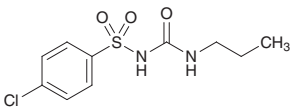
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ピリジン 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 50 mL を正確に加え，70 ℃ で 40 分間加温する．冷後，エタノール（95）100 mL を加え，過量の水酸化カリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の青色が青緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL
= 24.57 mg $C_{10}H_{12}ClNO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

クロルプロパミド

Chlorpropamide



$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$：276.74

4-Chloro-*N*-(propylcarbamoyl)benzenesulfonamide

［*94-20-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.08 g をメタノール 50 mL に溶かす．この液 1 mL に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉　127 ～ 131 ℃

純度試験

（1）　酸　本品 3.0 g に水 150 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　塩化物〈1.03〉　（1）のろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　（1）のろ液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.60 g をとり，アセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 300 mL とし，標準溶液（1）とする．別に 4–クロロベンゼンスルホンアミド 60 mg をとり，アセトンに溶かし，正確に 300 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/3–メチル–1–ブタノール/メタノール/アンモニア水（28）混液（15：10：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 100 ℃ で 1 時間乾燥した後，次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15 分間風乾する．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 30 mL に溶かし，水 20 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 27.67 mg $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$

貯 法 容　器　密閉容器．

クロルプロパミド錠
Chlorpropamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するクロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$：276.74）を含む．

製　法　本品は「クロルプロパミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルプロパミド」0.08 g に対応する量をとり，メタノール 50 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 231 ～ 235 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）約 10 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用クロルプロパミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かした後，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 232 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）

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

W_S：定量用クロルプロパミドの秤取量（mg）
C：1 錠中のクロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，移動相 75 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用クロルプロパミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロルプロパミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）の量（mg）

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

W_S：定量用クロルプロパミドの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 100）/アセトニトリル混液（1：1）

流量：クロルプロパミドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルプロパミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，1.5 以下である．

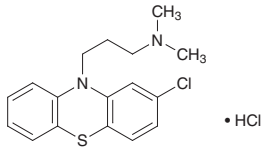
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルプロパミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

クロルプロマジン塩酸塩

Chlorpromazine Hydrochloride

塩酸クロルプロマジン



$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$：355.33

3-(2-Chloro-10*H*-phenothiazin-10-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride ［*69-09-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品 0.1 g に水 20 mL 及び希塩酸 3 滴を加えて溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，5 時間放置する．沈殿をろ取し，水で洗い，少量のアセトンから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 175 ～ 179 ℃ である．

（3）　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　194 ～ 198 ℃

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は，10 分以内に測定するとき，4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液につき，10 分以内に観察するとき，無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.53 mg $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルプロマジン塩酸塩錠

Chlorpromazine Hydrochloride Tablets

塩酸クロルプロマジン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$：355.33）を含む．

製　法　本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.2 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　（1）のろ液 20 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，以下「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験（2）を準用する．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$）約 5.6 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸クロルプロマジンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 254 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 %

以上である．

クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (45 / 8)$

W_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量（mg）

C：1 錠中のクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）約 50 mg に対応する量を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/エタノール（99.5）混液（1∶1）60 mL を加え，5 分間超音波を照射し，20 分間激しく振り混ぜた後，薄めたリン酸（1 → 500）/エタノール（99.5）混液（1∶1）を加えて正確に 100 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液 2.5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/エタノール（99.5）混液（1∶1）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸クロルプロマジンを 105 ℃で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/エタノール（99.5）混液（1∶1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/エタノール（99.5）混液（1∶1）を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）の量（mg）

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

W_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸（1 → 500）/エタノール（99.5）混液（1∶1）溶液（1 → 4500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：256 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）/アセトニトリル混液（27∶13）

流量：クロルプロマジンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルプロマジンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルプロマジン塩酸塩注射液

Chlorpromazine Hydrochloride Injection

塩酸クロルプロマジン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33）を含む．

製　法　本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：4.0 ～ 6.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」5 mg に対応する容量をとり，「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.1 g に対応する容量をとり，「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験（2）を準用する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）約 0.15 g に対応する容量を正確に量り，水 30 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）10 mL を加え，ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回，20 mL ずつで 3 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，洗液がフェノールフタレイン試液で赤色を呈しなくなるまで水 10 mL ずつで洗う．ジエチルエーテル抽出液を水浴上で濃縮して約 20 mL とし，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて 20 分間放置する．この液を脱脂綿を用いてろ過し，ジエチルエーテルで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを水浴上で留去する．残留物に非水滴定用アセトン 50 mL 及び酢酸（100）5 mL を加えて溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.77 mg $C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl

貯　法

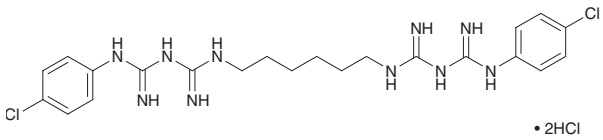
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

クロルヘキシジン塩酸塩

Chlorhexidine Hydrochloride

塩酸クロルヘキシジン



$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl：578.37

1,1′-Hexamethylenebis[5-(4-chlorophenyl)biguanide] dihydrochloride ［*3697-42-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルヘキシジン塩酸塩（$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸にやや溶けやすく，メタノール又は温メタノールに溶けにくく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.01 g にメタノール 5 mL を加え，加温して溶かし，臭素試液 1 mL 及び 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2） 本品 0.3 g を 6 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，氷冷し，かき混ぜながら 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を徐々に加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水で洗い，薄めたエタノール（7 → 10）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 130 ～ 134 ℃ である．

（3） 本品 0.1 g を希硝酸 50 mL に溶かした液は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 4-クロロアニリン　本品 0.10 g をギ酸 2 mL に溶かし，直ちに 1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及び水 20 mL を加え，亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液 4 mL を加え，1 分間放置する．この液に *N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 5 mL を加えて 10 分間放置し，エタノール（95）1 mL 及び水を加えて 50 mL とするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：4-クロロアニリン 20 mg を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2.0 mL にギ酸 2 mL，1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及び水 20 mL を加えて，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，130 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.46 mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルヘキシジングルコン酸塩液

Chlorhexidine Gluconate Solution

グルコン酸クロルヘキシジン液

本品はクロルヘキシジンの二グルコン酸塩水溶液である．

本品は定量するとき，クロルヘキシジングルコン酸塩（$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・$2C_6H_{12}O_7$：897.76）19.0 ～ 21.0 w/v% を含む．

性　状　本品は無色～微黄色の澄明な液で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸（100）と混和する．本品 1 mL はエタノール（99.5）5 mL 以下又はアセトン 3 mL 以下と混和するが，溶媒の量を増加するとき白濁する．

本品は光によって徐々に着色する．

比重　d_{20}^{20}：1.06 ～ 1.07

確認試験

（1） 本品 0.05 mL にメタノール 5 mL を加え，臭素試液 1 mL 及び 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2） 本品 0.5 mL に水 10 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は沸騰するまで加熱するとき，淡紫色を呈する．

（3） 本品 10 mL に水 5 mL を加え，氷冷し，かき混ぜながら水酸化ナトリウム試液 5 mL を徐々に加えるとき，白色の沈殿を生じる．この液をろ過し，残留物を水で洗い，薄めたエタノール（7 → 10）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 130 ～ 134 ℃ である．

（4） （3）のろ液を 5 mol/L 塩酸試液を用いて中和した後，この液 5 mL に酢酸（100）0.65 mL 及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン 1 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ガラス棒で内壁をこするとき，結晶を析出する．結晶をろ取し，熱湯 10 mL に溶かし，活性炭少量を加えてろ過する．冷後，ガラス棒で内壁をこすり，析出する結晶をろ取し，乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は約 195 ℃（分解）である．

pH〈*2.54*〉 本品 5.0 mL を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.0 である．

純度試験　4-クロロアニリン　本品 2.0 mL に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水 20

mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え，亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液 4 mL を加え，1 分間放置する．次に *N*,*N*-ジエチル *N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 5 mL を加えて 10 分間放置し，エタノール 1 mL 及び水を加えて 50 mL とするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：4-クロロアニリン 0.020 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL に水 20 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて以下同様に操作する．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（2 g，蒸発後）．

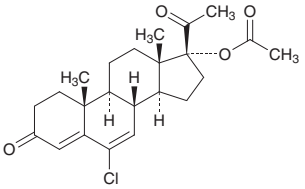
定 量 法　本品 2 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を非水滴定用酢酸 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
　= 22.44 mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\cdot 2C_6H_{12}O_7$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

クロルマジノン酢酸エステル

Chlormadinone Acetate
酢酸クロルマジノン



$C_{23}H_{29}ClO_4$：404.93
6-Chloro-3,20-dioxopregna-4,6-dien-17-yl acetate
［*302-22-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルマジノン酢酸エステル（$C_{23}H_{29}ClO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 1 mL 及び水酸化カリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間煮沸する．冷後，薄めた硫酸（2 → 7）2 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルマジノン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−10.0 ～ −14.0°（乾燥後，0.2 g，アセトニトリル，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　211 ～ 215 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）類縁物質　本品 20 mg をアセトニトリル 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロルマジノン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：236 nm）
カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：アセトニトリル/水混液（13：7）
流量：クロルマジノン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルマジノン酢酸エステルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：本品 8 mg 及びパラオキシ安息香酸ブチル 2 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，クロルマジノン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

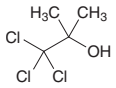
定 量 法 本品及びクロルマジノン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロルマジノン酢酸エステル（$C_{23}H_{29}ClO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：クロルマジノン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

クロロブタノール
Chlorobutanol



$C_4H_7Cl_3O$：177.46
1, 1, 1–Trichloro–2–methylpropan–2–ol ［*57–15–8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，クロロブタノール（$C_4H_7Cl_3O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色又は白色の結晶で，カンフルようのにおいがある．

本品はメタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は空気中で徐々に揮散する．

融点：約 76 ℃ 以上．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，ヨウ素試液 3 mL を徐々に加えるとき，黄色の沈殿を生じ，ヨードホルムのにおいを発する．

（2） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，アニリン 3 ～ 4 滴を加え，穏やかに加温するとき，フェニルイソシアニド（有毒）の不快なにおいを発する．

純度試験

（1） 酸 本品を粉末とし，その 0.10 g に水 5 mL を加えてよく振り混ぜるとき，液は中性である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g を希エタノール 25 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL に希エタノール 25 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

水 分〈*2.48*〉 6.0 % 以下（0.2 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り，200 mL の三角フラスコに入れ，エタノール（95）10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，還流冷却器を付けて 10 分間煮沸する．冷後，希硝酸 40 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を加え，よく振り混ぜ，ニトロベンゼン 3 mL を加え，沈殿が固まるまで激しく振り混ぜた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.915 mg $C_4H_7Cl_3O$

貯 法 容 器 気密容器．

軽質無水ケイ酸
Light Anhydrous Silicic Acid

本品は定量するとき，換算した強熱物に対し，二酸化ケイ素（SiO_2：60.08）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯青白色の軽い微細な粉末で，におい及び味はなく，滑らかな触感がある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品はフッ化水素酸，熱水酸化カリウム試液又は熱水酸化ナトリウム試液に溶け，希塩酸に溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，煮沸して溶かし，塩化アンモニウム試液 12 mL を加えるとき，白色ゲル状の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸に溶けない．

（2） （1）の沈殿にメチレンブルー溶液（1 → 10000）10 mL を加え，次に水で洗うとき，沈殿は青色を呈する．

（3） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウムの融解球をつくり，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1）塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸 18 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は，0.01 mol/L 塩酸 0.15 mL に水酸化ナトリウム試液 20 mL，希硝酸 18 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，酢酸（31）15 mL を加えて振り混ぜた後，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は水酸化ナトリウム試液 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液の赤色が消えるまで酢酸（31）を加えた後，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（3） アルミニウム 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 10 mL を量り，

酢酸（31）17 mL を加えて振り混ぜ，アルミノン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，30 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 0.176 g を水に溶かし 1000 mL とする．この液 15.5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL，酢酸（31）17 mL，アルミノン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品 0.040 g に希塩酸 10 mL を加え，水浴中で 10 分間振り混ぜながら加熱する．冷後，L-酒石酸 0.5 g を加え，振り混ぜて L-酒石酸を溶かした後，以下第 2 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（500 ppm 以下）．

（5） カルシウム 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 30 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液の赤色が消えるまで希硝酸を加え，直ちに希酢酸 5 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて 100 mL とし，遠心分離又はろ過して澄明な液を得る．この液 25 mL にシュウ酸試液 1 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とし，直ちに振り混ぜた後，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：180 ℃ で 4 時間乾燥した炭酸カルシウム 0.250 g を希塩酸 3 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 4 mL に希酢酸 5 mL 及び水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，シュウ酸試液 1 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とし，振り混ぜる．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g を磁製るつぼにとり，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱減量〈*2.43*〉 12.0 % 以下（1 g，850 ～ 900 ℃，恒量）．

容積試験 本品 5.0 g を量り，200 mL のメスシリンダーに徐々に入れて静置するとき，その容積は 70 mL 以上である．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，塩酸 20 mL を加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物を更に塩酸で潤して蒸発乾固した後，110 ～ 120 ℃ で 2 時間加熱する．冷後，希塩酸 5 mL を加え，加熱した後，室温に放冷し，熱湯 20 ～ 25 mL を加えて速やかにろ過し，洗液が塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈しなくなるまで温湯で洗い，残留物をろ紙とともに白金るつぼに入れ，強熱して灰化し，更に 30 分間強熱し，冷後，質量を量り a（g）とする．次に残留物を水で潤し，フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え，蒸発乾固した後，5 分間強熱し，冷後，質量を量り b（g）とする．

二酸化ケイ素（SiO_2）の量（g）＝ $a - b$

貯 法 容 器 気密容器．

合成ケイ酸アルミニウム
Synthetic Aluminum Silicate

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL を加えて加熱するとき，わずかに不溶分を残して溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 3）3 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水 20 mL を加えてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球を作り，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1） 液性 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 5.0 g に水 100 mL を加え，15 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，遠心分離する．上澄液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉（2）の上澄液 2.0 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 3.0 g に水 50 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g，希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g に希塩酸 10 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 20.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

制 酸 力〈*6.04*〉 本品約 1 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 200 mL を正確に加え，密栓し 37 ±2 ℃ で 1 時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 50 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまでよくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 50.0 mL 以上である．

貯 法 容 器 密閉容器．

天然ケイ酸アルミニウム
Natural Aluminum Silicate

性　状　本品は白色又はわずかに着色した粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL を加えて加熱するとき，一部分は分解して溶けるが，大部分は不溶である．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 3）3 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水 20 mL を加えてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球を作り，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1）　液性　本品 5.0 g に水 100 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 5.0 g に水 100 mL を加え，15 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，遠心分離する．上澄液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉（6）の残留物に希塩酸 3 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱した後，水を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 2.0 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

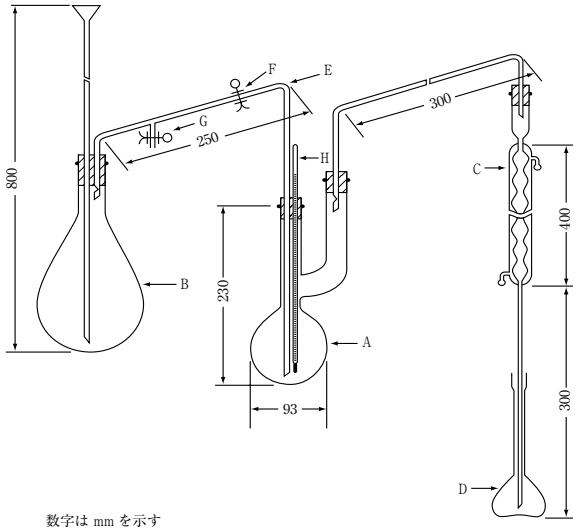
（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.5 g に水 50 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g，希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6）　可溶性塩　（1）の上澄液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 700 ℃ で 2 時間強熱するとき，その量は 40 mg 以下である．

（7）　フッ化物

（ⅰ）　装置　図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．



数字は mm を示す

A：容量約 300 mL の蒸留フラスコ
B：容量約 100 mL の水蒸気発生器
　突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器　容量 200 mL のメスフラスコ
E：内径約 8 mm の水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

（ⅱ）　操作法　本品 5.0 g をとり，水 20 mL を用いて蒸留フラスコ A に洗い込み，ガラスウール約 1 g 及び薄めた精製硫酸（1 → 2）50 mL を加える．A をあらかじめ水蒸気導入管 E に水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器 D には，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び水 10 mL を入れ，冷却器 C の下端をこの液に浸す．A を徐々に加熱して液の温度が 130 ℃ になったとき，ゴム管 F を開いてゴム管 G を閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器 B から水蒸気を通じる．同時に A 中の液の温度を 135 ～ 145 ℃ に保つように A を加熱する．蒸留速度は 1 分間約 10 mL とする．留液が約 170 mL になったとき，蒸留を止め，C を少量の水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に 200 mL とし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．

試験液中のフッ素（F：19.00）の量（mg）
　= 標準液 5 mL 中のフッ素の量（mg）× (A_T / A_S)
　　× (200 / V)

フッ素（F）の量は 0.01 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　20.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

吸 着 力　本品 0.10 g にメチレンブルー溶液（3 → 2000）20 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，更に 37 ± 2 ℃ で 5 時間放置した後，遠心分離する．上澄液 1.0 mL に水を加えて 200 mL とし，その 50 mL をネスラー管に入れ，白色の背景を用いて側方又は上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：メチレンブルー溶液（3 → 2000）1.0 mL に水

を加えて 400 mL とし，この液 50 mL を用いる．

貯 法 容 器 密閉容器．

ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

本品は定量するとき，二酸化ケイ素（SiO_2：60.08）45.0 % 以上及び酸化マグネシウム（MgO：40.30）20.0 % 以上を含み，二酸化ケイ素と酸化マグネシウムとのパーセント（%）の比は 2.2 ～ 2.5 である．

性 状 本品は白色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球をつくり，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1） 可溶性塩 本品 10.0 g に水 150 mL を加え，水浴上で 60 分間振り混ぜ，冷後，水を加えて 150 mL とし，遠心分離して得た澄明な液 75 mL をとり，これに水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 25 mL を水浴上で蒸発乾固し，更に 700 ℃ で 2 時間強熱するとき，その量は 0.02 g 以下である．

（2） アルカリ （1）の試料溶液 20 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 1.0 mL を加えるとき，液は無色である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 （1）の試料溶液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.75 mL を加える（0.053 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）の残留物に希塩酸 3 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱した後，水 30 mL を加えてろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液 4 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え，2 分間煮沸した後，ろ過し，水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g に希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉 34 % 以下（0.5 g，850 ℃，3 時間）．

制 酸 力〈*6.04*〉 本品約 0.2 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，正確に 0.1 mol/L 塩酸 30 mL 及び水 20 mL を加え，37±2 ℃ で 1 時間振り混ぜ，冷後，上澄液 25 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．

本品の強熱減量における残留物に換算するとき，その 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 140 ～ 160 mL である．

定 量 法

（1） 二酸化ケイ素 本品約 0.7 g を精密に量り，0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 25 mL を加え，水浴上で時々かき混ぜながら，15 分間加熱する．上澄液を定量分析用ろ紙を用いてろ過し，残留物に熱湯 25 mL を加えてかき混ぜ，上澄液を傾斜してろ紙上に移してろ過する．更に残留物は同様に熱湯 25 mL ずつで 2 回洗った後，残留物をろ紙上に移し，洗液が硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈しなくなるまで熱湯で洗い，残留物をろ紙とともに白金るつぼに入れ，強熱して灰化し，更に 775 ～ 825 ℃ で 30 分間強熱し，冷後質量を量り，a（g）とする．次に残留物を水で潤し，フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え，蒸発乾固した後，5 分間強熱し，冷後質量を量り，b（g）とする．

$$\text{二酸化ケイ素（}SiO_2\text{）の含量（\%）} = \{(a - b) / W\} \times 100$$

W：本品の秤取量（g）

（2） 酸化マグネシウム 本品約 0.3 g を 50 mL の三角フラスコに精密に量り，0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え，水浴上で 15 分間加熱する．冷後，100 mL のメスフラスコに移し，三角フラスコは水で洗い，洗液及び水を加えて 100 mL とする．この液をろ過し，ろ液 50 mL を正確に量り，水 50 mL 及び薄めた 2,2′,2″−ニトリロトリエタノール（1 → 2）5 mL を加えてよく振り混ぜる．これにアンモニア試液 2.0 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.015 mg MgO

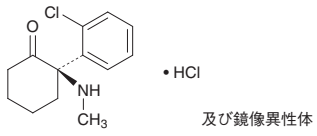
（3） 二酸化ケイ素（SiO_2）と酸化マグネシウム（MgO）とのパーセント（%）の比 定量法（1）及び（2）の数値から求める．

貯 法 容 器 密閉容器．

ケタミン塩酸塩

Ketamine Hydrochloride

塩酸ケタミン



及び鏡像異性体

$C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$：274.19

(2*RS*)−2−(2−Chlorophenyl)−2−(methylamino)cyclohexanone monohydrochloride ［*1867−66−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケタミン塩酸塩（$C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

融点：約 258 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 3000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（269 nm）：22.0 ～ 24.5（乾燥後，30 mg，0.1 mol/L 塩酸試液，100 mL）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/イソプロピルアミン混液（49：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，乾燥した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 1 mL に溶かした後，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

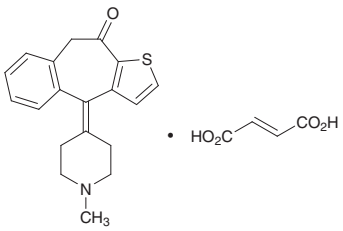
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.42 mg $C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$

貯 法 容 器　気密容器．

ケトチフェンフマル酸塩

Ketotifen Fumarate

フマル酸ケトチフェン



$C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$：425.50

4−(1−Methylpiperidin−4−ylidene)−4*H*−benzo[4,5]cyclohepta[1,2−*b*]thiophen−10(9*H*)−one monofumarate ［*34580−14−8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトチフェンフマル酸塩（$C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けにくく，水，エタノール（99.5）又は無水酢酸に溶けにくい．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.03 g をとり，水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.6 g をるつぼにとり，炭酸ナトリウム試液 2.5 mL に溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約 500 ℃ に強熱する．残留物を水 15 mL に溶かし，必要ならばろ過し，薄めた硝酸（3 → 10）を加えて中性とし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に炭酸ナトリウム試液 2.5 mL，中性とするのに要した量の薄めた硝酸（3 → 10），希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.015 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をアンモニア試液のメタノール溶液（1 → 100）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア試液のメタノール溶液（1 → 100）を加えて正確に 25 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，アンモニア試液のメタノール溶液（1 → 100）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/アンモニア水（28）混液（90：10：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，更に過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 4 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

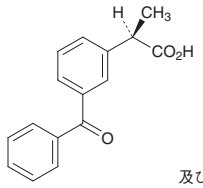
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.55 mg $C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ケトプロフェン

Ketoprofen



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{14}O_3$：254.28

(2*RS*)-2-(3-Benzoylphenyl)propanoic acid ［*22071-15-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトプロフェン（$C_{16}H_{14}O_3$）99.0 ～ 100.5 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

本品は光によって微黄色になる．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融 点〈*2.60*〉 94 ～ 97 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.6 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL の混液に薄めた希塩酸（1 → 10）を加えて 10 mL とした液 5.0 mL をとり，薄めた希塩酸（1 → 10）を加えて 100 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本操作はできるだけ光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 20 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たケトプロフェンに対する相対保持時間約 1.5 及び相対保持時間約 0.3 のピーク面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の 4.5 倍及び 2 倍より大きくない．また，試料溶液から得たケトプロフェン，相対保持時間約 1.5 及び相対保持時間約 0.3 以外のピークの面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積より大きくなく，それらの合計面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：233 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 68.0 g を水に溶かし 1000 mL とした液にリン酸を加え，pH 3.5 に調整する．この液 20 mL にアセトニトリル 430 mL 及び水 550 mL を加える．

流量：ケトプロフェンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：ケトプロフェンの保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得

たケトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のケトプロフェンのピーク面積の 9 ～ 11 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を操作するとき，ケトプロフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ケトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，エタノール (95) 25 mL に溶かし，水 25 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1 mL = 25.43 mg $C_{16}H_{14}O_3$

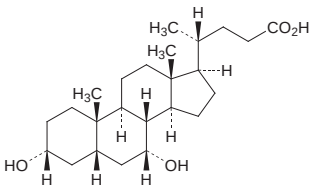
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ケノデオキシコール酸

Chenodeoxycholic Acid



$C_{24}H_{40}O_4$：392.57

3α,7α-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid

[*474-25-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ケノデオキシコール酸（$C_{24}H_{40}O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶，結晶性の粉末又は粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

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

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+11.0 ～ +13.0°（乾燥後，0.4 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 164 ～ 169 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.36 g をメタノール 30 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にメタノール 30 mL，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.1 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） バリウム 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸する．この液に塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL になるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸 10 mg をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトン/水混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別にウルソデオキシコール酸 10 mg をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．別に薄層クロマトグラフィー用コール酸 10 mg をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（3）とする．更に試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトン/水混液（9：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 0.5 mL，1 mL，2 mL，3 mL 及び 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにアセトン/水混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液 A，標準溶液 B，標準溶液 C，標準溶液 D 及び標準溶液 E とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），及び標準溶液 A，標準溶液 B，標準溶液 C，標準溶液 D 及び標準溶液 E 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 4-メチル-2-ペンタノン/トルエン/ギ酸混液（16：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 120 ℃ で 30 分間乾燥する．直ちに，これにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を均等に噴霧した後，120 ℃ で 2 ～ 3 分間加熱するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）のスポットより濃くない．標準溶液（3）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（3）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液 A，標準溶液 B，標準溶液 C，標準溶液 D 及び標準溶液 E から得たスポットと比較するとき，標準溶液 E から得たスポットより濃くなく，その総量は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL 及び水 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

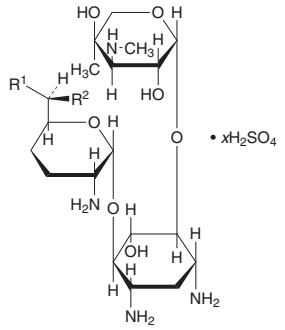
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ゲンタマイシン硫酸塩

Gentamicin Sulfate

硫酸ゲンタマイシン



ゲンタマイシン C_1 硫酸塩　：　$R^1 = CH_3$　$R^2 = NHCH_3$

ゲンタマイシン C_2 硫酸塩　：　$R^1 = CH_3$　$R^2 = NH_2$

ゲンタマイシン C_{1a} 硫酸塩：　$R^1 = H$　$R^2 = NH_2$

ゲンタマイシン C_1 硫酸塩　(6*R*)-2-Amino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methylamino-6-methyl-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

ゲンタマイシン C_2 硫酸塩　(6*R*)-2,6-Diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methyl-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

ゲンタマイシン C_{1a} 硫酸塩　2,6-Diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*1405-41-0*，ゲンタマイシン硫酸塩]

本品は，*Micromonospora purpurea* 又は *Micromonospora echinospora* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 590 ～ 775 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ゲンタマイシン C_1（$C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 50 mg を水 1 mL に溶かし，1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 500）2 滴を加える．この液を硫酸 1 mL の上に静かに層積するとき，境界面は青紫色を呈する．

（2）　本品及びゲンタマイシン硫酸塩標準品 50 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で 1 時間以上放置する．この液の下層 20 mL をとり，メタノール 0.5 mL を加えて展開溶媒とし，約 20 mm^2 の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約 17 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た 3 個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットの色調及び R_f 値と等しい．

（3）　本品 50 mg を水 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：+107 ～ +121°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.20 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

成分含量比　本品 50 mg を水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で 1 時間以上放置する．この液の下層 20 mL をとり，メタノール 0.5 mL を加えて展開溶媒とし，約 20 mm^2 の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約 17 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置する．呈色後，薄層板をガラス板で覆い，デンシトメーター（測定波長 450 nm）を用いてゲンタマイシン C_1（R_f 値約 0.3）の吸光度の積分値 A_a ゲンタマイシン C_2（R_f 値約 0.2）の吸光度の積分値 A_b 及びゲンタマイシン C_{1a}（R_f 値約 0.1）の吸光度の積分値 A_c を測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，ゲンタマイシン C_1 は 25 ～ 55 %，ゲンタマイシン C_2 は 25 ～ 50 %，及びゲンタマイシン C_{1a} は 5 ～ 30 % である．

ゲンタマイシン C_1 の量(%)

$$= \{A_a / (A_a + 1.35A_b + A_c)\} \times 100$$

ゲンタマイシン C_2 の量(%)

$$= \{1.35A_b / (A_a + 1.35A_b + A_c)\} \times 100$$

ゲンタマイシン C_{1a} の量(%)

$$= \{A_c / (A_a + 1.35A_b + A_c)\} \times 100$$

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を分液

漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で 1 時間以上放置する．この液の下層 20 mL をとり，メタノール 0.5 mL を加えて展開溶媒とし，約 20 mm^2 の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約 17 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置する．呈色後，ガラス板で薄層板を覆い，スポットを比較するとき，試料溶液から得たゲンタマイシン C_1（R_f 値約 0.3），ゲンタマイシン C_2（R_f 値約 0.2）及びゲンタマイシン C_{1a}（R_f 値約 0.1）のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たゲンタマイシン C_2 のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 18.0 % 以下（0.15 g，減圧・0.67 kPa 以下，110 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Staphylococcus epidermidis*** ATCC 12228 を用いる．

（ii） 基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地 ブドウ糖 1.0 g，ペプトン 6.0 g，肉エキス 1.5 g，酵母エキス 3.0 g，塩化ナトリウム 10.0 g，カンテン 15.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 試験菌移植用カンテン培地 培地（2）の 2）の ii を用いる．

（iv） 標準溶液 ゲンタマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 15 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

硬化油
Hydrogenated Oil

本品は魚油又は他の動物性若しくは植物性の脂肪油に水素を添加して得た脂肪である．

性 状 本品は白色の塊又は粉末で，特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．ただし，ヒマシ油に水素を添加して得たものはジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

酸 価〈*1.13*〉 2.0 以下．

純度試験

（1） 水分及び着色度 本品 5.0 g を水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水を分離析出しない．また，この液を 10 mm の層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2） アルカリ 本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3） 塩化物 本品 1.5 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 20 mL に硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とし，硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加える．

（4） 重金属 本品 2.0 g に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液 5 mL にアンモニア試液を加えてわずかにアルカリ性とし，硫化ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は変化しない．

（5） ニッケル 本品 5.0 g を石英又は磁製のるつぼに量り，初めは注意して弱く加熱し，炭化した後，強熱して灰化する（500 ± 20 ℃）．冷後，塩酸 1 mL を加え水浴上で蒸発乾固し，残留物を希塩酸 3 mL に溶かした後，水 7 mL を加える．次に臭素試液 1 mL 及びクエン酸一水和物溶液（1 → 5）1 mL を加えた後，アンモニア試液 5 mL を加えてアルカリ性とし，流水中で冷却する．この液にジメチルグリオキシム試液 1 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とし検液とする．検液を 5 分間放置するとき，その液の呈する色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩酸 1 mL を水浴上で蒸発乾固した後，ニッケル標準液 1 mL 及び希塩酸 3 mL を加え，更に水 6 mL を加える．以下検液の調製法と同様に操作し，水を加えて 20 mL とした後，5 分間放置する．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（5 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

乾燥甲状腺
Dried Thyroid

本品は食用獣の新鮮な甲状腺をとり，結締組織及び脂肪を除き，すりつぶし，50 ℃ 以下で速やかに乾燥した後，粉末としたもの，又はこれに適当な賦形剤を加えたものである．

本品は定量するとき，甲状腺に特異な有機性化合体としてのヨウ素（I：126.90）0.30 ～ 0.35 % を含む．

性 状 本品は淡黄色～灰褐色の粉末で，わずかに特異な肉臭がある．

確認試験 本品を薄めたホルムアルデヒド液（1 → 10）で固定し，ヘマトキシリン試液で 10 ～ 30 分間染色し，水で洗った後，塩酸 1 mL 及び薄めたエタノール（7 → 10）99 mL の混液中で 5 ～ 10 秒間弁色し，再び約 1 時間水で洗

う．更にエオシン Y 溶液（1 → 100）で 1 ～ 5 分間染色し，水で洗った後，薄めたエタノール（7 → 10）で 5 ～ 10 秒間，薄めたエタノール（4 → 5）で 5 ～ 10 秒間，薄めたエタノール（9 → 10）で 1 ～ 2 分間，エタノール（95）で 1 ～ 5 分間更にエタノール（99.5）で 1 ～ 5 分間の順に脱水弁色する．キシレンで透徹し，バルサムで封じて鏡検するとき，甲状腺に特異なろ胞を構成する上皮細胞の核を認める．

純度試験

（1） 無機ヨウ化物　本品 1.0 g に硫酸亜鉛飽和溶液 10 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 5 mL によく振り混ぜながらデンプン試液 0.5 mL，亜硝酸ナトリウム試液 4 滴及び希硫酸 4 滴を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 脂肪　本品 1.0 g をソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテルで 2 時間抽出する．ジエチルエーテル抽出液からジエチルエーテルを留去し，残留物を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 30 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，105 ℃，恒量）．

灰　分〈*5.01*〉 5.0 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，るつぼに入れ，炭酸カリウム 7 g を加えてよく混ぜ，るつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし，その上部に更に炭酸カリウム 10 g を加え，再びたたいて密にする．これを 600 ～ 700 ℃ に加熱したマッフル炉中に入れ，その温度で 25 分間強熱し，冷後，水 20 mL を加え，穏やかに煮沸した後，フラスコにろ過する．残留物に水 20 mL を加えて煮沸し，前のフラスコにろ過し，次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が 200 mL となるまで熱湯で洗い込む．この液に新たに製した臭素試液 7 mL 及び薄めたリン酸（1 → 2）40 mL を徐々に加えた後，発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し，フラスコの内壁を水で洗い，更に 5 分間煮沸を続ける．煮沸時にはしばしば水を補い，液が少なくとも 200 mL に保つようにする．冷後，フェノール溶液（1 → 20）5 mL を加え，再びフラスコの内壁を水で洗い込み，5 分間放置した後，これに薄めたリン酸（1 → 2）2 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え，直ちに遊離したヨウ素を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 0.2115 mg I

貯 法 容 器　気密容器．

乾燥酵母
Dried Yeast

本品は *Saccharomyces* に属する酵母の菌体を乾燥して粉末としたものである．

本品は定量するとき，その 1 g 中にたん白質 400 mg 以上及びチアミン〔チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27）として〕100 μg 以上を含む．

性　状　本品は淡黄白色～褐色の粉末で，特異なにおい及び味がある．

確認試験　本品は鏡検〈*5.01*〉するとき，長径約 6 ～ 12 μm の円形又は卵形の単細胞からなる．

純度試験

（1） 変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

（2） でんぷん　本品にヨウ素試液を加え，これを鏡検〈*5.01*〉するとき，黒紫色に染まる粒子を認めないか，又は認めてもわずかである．

乾燥減量〈*2.41*〉 8.0 % 以下（1 g，100 ℃，8 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 9.0 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） たん白質　本品約 50 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

本品 1 g 中のたん白質の量（mg）= $N \times 6.25 \times (1 / W)$

N：窒素（N）の量（mg）
W：本品の秤取量（g）

（2） チアミン　本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 1 mL 及び水 80 mL を加え，80 ～ 85 ℃ の水浴中でしばしば振り混ぜながら 30 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，10 分間遠心分離する．上澄液 4 mL を正確に量り，酢酸・酢酸ナトリウム試液 5 mL 及び酵素試液 1 mL を正確に加え，45 ～ 50 ℃ で 3 時間放置する．この液 2 mL を正確に量り，カラム（40 ～ 110 μm の弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体（H 型）2.5 mL を内径約 1 cm，高さ約 17 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，1 分間に約 0.5 mL の速度で流出する．次に少量の水でクロマトグラフィー管の内壁を洗い，更に水 10 mL で 1 分間に約 1 mL の速度でカラムを洗う．この操作を 2 回繰り返す．次に薄めたリン酸（1 → 50）2.5 mL ずつを用いて 1 分間に約 0.5 mL の速度で 2 回溶出し，溶出液を集める．溶出液に内標準溶液 1 mL を正確に加え，更に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 0.01 g を加えて溶かし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，更に移動相 3 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 200 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

本品 1 g 中のチアミンの量（μg）
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 12.5$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　フェナセチン 0.01 g をアセトニトリルに溶かし，100 mL とする．この液 1 mL に薄めたアセトニトリル（1 → 5）を加えて 100 mL とする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.7 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.5 に調整する．この液 800 mL に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.6 g を溶かし，アセトニトリル 200 mL を加える．

流量：チアミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

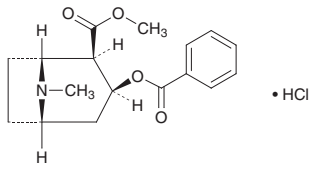
カラムの選定：標準溶液 200 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．

貯　法　容　　器　気密容器．

コカイン塩酸塩

Cocaine Hydrochloride

塩酸コカイン



$C_{17}H_{21}NO_4$・HCl：339.81

(1*R*,2*R*,3*S*,5*S*)-2-Methoxycarbonyl-8-methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl benzoate monohydrochloride

[*53-21-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，コカイン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_4$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.25*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−70 ～ −73°（乾燥後，0.5 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　酸　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，メチルレッド試液 1 滴を加え，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき，その消費量は 1.0 mL 以下である．

（2）　シンナミルコカイン　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，薄めた硫酸（1 → 20）0.3 mL 及び 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 30 分以内に消えない．

（3）　イソアトロピルコカイン　本品 0.10 g をビーカーにとり，水 30 mL に溶かし，この液 5 mL を試験管に分取し，先のビーカーには水 30 mL を追加し，試験管にはアンモニア試液 1 滴を加えて振り混ぜ，沈殿が凝結したとき，水 10 mL を加えて先のビーカーに入れ，試験管を水 10 mL で洗い，洗液はビーカーに合わせ，アンモニア試液 3 滴を加え，穏やかに振り混ぜるとき，結晶性の沈殿を生じ，次に 1 時間放置するとき，上層液は澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.98 mg $C_{17}H_{21}NO_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

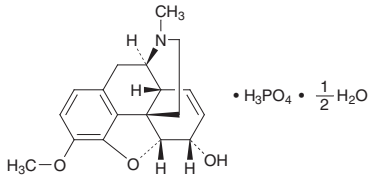
容　　器　気密容器．

コデインリン酸塩水和物

Codeine Phosphate Hydrate

コデインリン酸塩

リン酸コデイン



$C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$：406.37

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-6-ol monophosphate hemihydrate

[*41444-62-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，コデインリン酸塩（$C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4：397.36）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）はリン酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－98 ～ －102°（脱水物に換算したもの 0.4 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（4：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（4：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分 〈2.48〉 1.5 ～ 3.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 39.74 mg $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

コデインリン酸塩散 1%

1% Codeine Phosphate Powder

リン酸コデイン散 1%

本品は定量するとき，コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$：406.37）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製法

コデインリン酸塩水和物	10 g
乳糖水和物	適量
全量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

定量法 本品約 5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン（別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.0227$

W_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器.

コデインリン酸塩散 10%

10%　Codeine Phosphate Powder

リン酸コデイン散 10%

本品は定量するとき，コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$：406.37）9.3 ～ 10.7 % を含む.

製　法

コデインリン酸塩水和物	100 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する.

確認試験　本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す.

定 量 法　本品約 2.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン（別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 1.0227$

W_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する.

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である.

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法　容　　器　気密容器.

コデインリン酸塩錠

Codeine Phosphate Tablets

リン酸コデイン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するコデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$：406.37）を含む.

製　法　本品は「コデインリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「コデインリン酸塩水和物」0.1 g に対応する量をとり，水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液 2 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す.

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，薄めた希硫酸（1 → 20）20 mL を加えて，10 分間超音波を照射し，水を加えて正確に 100 mL とする．この液をろ過し，ろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン（別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2 \times 1.0227$

W_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する.

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

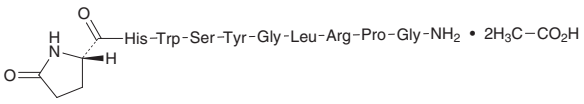
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

ゴナドレリン酢酸塩

Gonadorelin Acetate

酢酸ゴナドレリン



$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}・2C_2H_4O_2$：1302.39

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-tryptophyl-L-seryl-L-tyrosyl-glycyl-L-leucyl-L-arginyl-L-prolyl-glycinamide diacetate ［34973-08-5］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，酢酸ゴナドレリン（$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}・2C_2H_4O_2$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はゴナドレリン酢酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 20 mg をエタノール（99.5）0.5 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−53.0 ～ −57.0°（脱水物に換算したもの 0.1 g，薄めた酢酸（100）（1 → 100），10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ～ 5.8 である．

構成アミノ酸　本品 10 mg を加水分解用試験管にとり，塩酸 0.5 mL 及びメルカプト酢酸溶液（2 → 25）0.5 mL を加えて溶かし，試験管の上部を融封し，110 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液をビーカーに移し，水浴上で蒸発乾固する．残留物に 0.02 mol/L 塩酸試液 100 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に 105 ℃ で 3 時間乾燥した L-セリン 0.105 g，L-グルタミン酸 0.147 g，L-プロリン 0.115 g，グリシン 75 mg，L-ロイシン 0.131 g，L-チロジン 0.181 g，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 0.210 g，L-トリプトファン 0.204 g 及び塩酸 L-アルギニン 0.211 g を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには構成する 9 種のアミノ酸のピークを認める．また，それぞれの構成するアミノ酸のアルギニンに対するモル比を求めるとき，セリン及びトリプトファンは 0.7 ～ 1.0，プロリンは 0.8 ～ 1.2，グルタミン酸，ロイシン，チロジン及びヒスチジンは 0.9 ～ 1.1 並びにグリシンは 1.8 ～ 2.2 である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm（プロリン）及び 570 nm（プロリン以外のアミノ酸））

カラム：内径 4 mm，長さ 8 cm のステンレス管に 5 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：57 ℃ 付近の一定温度

化学反応槽温度：130 ℃ 付近の一定温度

移動相：移動相 A，移動相 B，移動相 C 及び移動相 D を次の表に従って調製する．

	移動相の組成			
	A	B	C	D
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19 g	7.74 g	26.67 g	−
水酸化ナトリウム	−	−	−	8.00 g
塩化ナトリウム	5.66 g	7.07 g	54.35 g	−
クエン酸一水和物	19.80 g	22.00 g	6.10 g	−
エタノール（99.5）	130 mL	20 mL	−	100 mL
ベンジルアルコール	−	−	5 mL	−
チオジグリコール	5 mL	5 mL	−	−
ラウロマクロゴールのジエチルエーテル溶液（1 → 4）	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量	適量
全　量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

移動相の送液：移動相 A，移動相 B，移動相 C 及び移動相 D の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）	移動相 C（vol%）	移動相 D（vol%）
0 ～ 9	100	0	0	0
9 ～ 25	0	100	0	0
25 ～ 61	0	100 → 0	0 → 100	0
61 ～ 76	0	0	100	0
76 ～ 96	0	0	0	100

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 204 g を水 336 mL に溶かした後，酢酸（100）123 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 401 mL を加えて，A 液とする．別に，ニンヒドリン 39 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 81 mg を 1-メトキシ-2-プロパノール 979 mL に溶かし，B 液とする．A 液及び B 液を等量ずつ用時混和する．

移動相流量：毎分 0.25 mL

反応試薬流量：毎分 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，ロイシン，チロジン，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，それぞれのピークが分離するものを用いる．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 350 nm における吸光度は 0.10 以下である．

（2） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 A 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゴナドレリン以外のピークの面積は，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のゴナドレリン以外のピーク面積の合計は，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 3/5 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゴナドレリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たゴナドレリンのピーク面積が，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 1 ～ 3 % になることを確認する．

システムの性能：本品 4 mg を移動相に溶かし，フェナセチンのアセトニトリル溶液（1 → 1000）5 mL を加えた後，移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ゴナドレリン，フェナセチンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ゴナドレリンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 8.0 % 以下（0.15 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びゴナドレリン酢酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを薄めた酢酸（100）（1 → 1000）に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ゴナドレリン酢酸塩（$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$・$2C_2H_4O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したゴナドレリン酢酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フェナセチンの水/アセトニトリル混液（3：2）溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（90：17）

流量：ゴナドレリンの保持時間が約 13 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ゴナドレリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ゴマ油

Sesame Oil

OLEUM SESAMI

本品はゴマ *Sesamum indicum* Linné（*Pedaliaceae*）の種子から得た脂肪油である．

性　状　本品は微黄色澄明の油で，においはないか又はわずか

に特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

本品は 0 ～ −5 ℃ で凝固する．

脂肪酸の凝固点：20 ～ 25 ℃

確認試験 本品 1 mL に白糖 0.1 g 及び塩酸 10 mL を加え，30 秒間振り混ぜるとき，酸層は淡赤色となり，放置するとき，赤色に変わる．

比 重〈*1.13*〉 d_{25}^{25}：0.914 ～ 0.921

酸 価〈*1.13*〉 0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉 187 ～ 194

不けん化物〈*1.13*〉 2.0 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉 103 ～ 118

貯 法 容 器 気密容器．

コムギデンプン

Wheat Starch

AMYLUM TRITICI

小麦澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はコムギ *Triticum aestivum* Linné（*Gramineae*）の種子から得たでんぷんである．

◆性 状 本品は白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水/グリセリン混液（1：1）を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき，大小の粒，非常にまれに中程度の大きさの粒を認める．通例，直径 10 ～ 60 μm の大きな粒の上面は円盤状，極めてまれに腎臓形であり，中心性のへそ及び層紋は明らかでないかほとんど明らかでなく，しばしば粒のへりに裂け目を認める．側面は長円形又は紡錘形であり，へそは長軸方向に沿った裂け目として観察される．直径 2 ～ 10 μm の小さな粒は円形又は多面形である．交叉した偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） （2）ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液（1 → 10）0.05 mL を加えるとき，暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈*2.54*〉 本品 5.0 g を非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え，穏やかに 1 分間かき混ぜて懸濁し，15 分間放置した液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

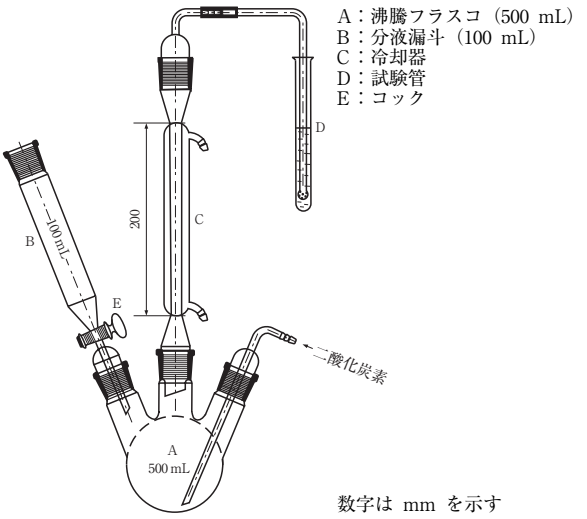
純度試験

（1） 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液 2.0 mL をとり，水を加えて 20 mL とし，比較液とする．検液及び比較液 10 mL を試験管にとり，クエン酸溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水（28）を加えた後，水を加えて 20 mL とし，混和する．これらの液 10 mL を試験管にとり，5 分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（2） 酸化性物質 本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 30.0 mL に酢酸（100）1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え，振り混ぜた後，暗所に 25 ～ 30 分間放置する．デンプン試液 1 mL を加え，0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4 mL 以下である（過酸化水素に換算すると，20 ppm 以下）．

（3） 二酸化イオウ

（i） 装置 図に示すものを用いる．



数字は mm を示す

（ii） 操作法 水 150 mL を沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分 100±5 mL の流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える．15 分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約 25 g を精密に量り，水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を 1 時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で 15 分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，

補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50 ppm 以下である．

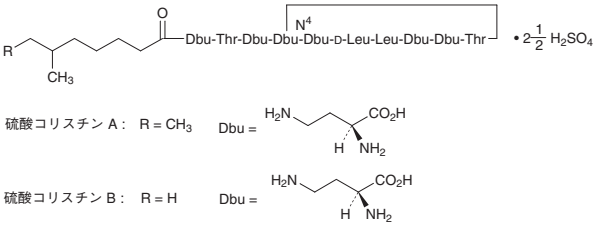
二酸化イオウの量（ppm）＝（V／W）× 1000 × 3.203

W：本品の秤取量（g）
V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（1 g，130 ℃，90 分間）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.6 % 以下（1 g）．
◆**貯 法 容 器** 密閉容器．◆

コリスチン硫酸塩

Colistin Sulfate
硫酸コリスチン



硫酸コリスチン A $C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}\cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：1414.66

硫酸コリスチン B $C_{52}H_{98}N_{16}O_{13}\cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：1400.63

［*1264-72-8*］

本品は，*Bacillus polymyxa* var. *colistinus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1 mg 当たり 16000 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，コリスチン A（$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$：1169.46）としての量を単位で示し，その 1 単位はコリスチン A（$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$）0.04 μg に対応する．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 20 mg を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，振り混ぜながら硫酸銅（Ⅱ）試液 5 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 50 mg を薄めた塩酸（1 → 2）10 mL に溶かし，この液 1 mL を加水分解用試験管に密封し，135 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，開封し，塩酸臭がなくなるまで蒸発乾固し，残留物を水 0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-ロイシン，L-トレオニン，フェニルアラニン及び L-セリン 20 mg ずつを量り，それぞれを水に溶かして 10 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/酢酸（100）/水/ピリジン/エタノール（99.5）混液（60：15：10：6：5）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 10 分間乾燥する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットの数は 3 個で，試料溶液から得た 2 個の主スポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値と等しく，試料溶液から得た上記の主スポット以外の主スポットの R_f 値は 0.1 である．また，試料溶液から得たスポットには標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットに対応するスポットを認めない．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－63 ～ －73°（乾燥後，1.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 硫酸 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水に溶かし，アンモニア水（28）を加えて pH 11 に調整した後，水を加えて 100 mL とする．この液に 0.1 mol/L 塩化バリウム液 10 mL を正確に加え，更にエタノール（99.5）50 mL を加えて 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，硫酸（SO_4）の量は 16.0 ～ 18.0 % である（指示薬：フタレインパープル 0.5 mg）．ただし，滴定の終点は，液の青紫色が無色に変わるときとする．

0.1 mol/L 塩化バリウム液 1 mL ＝ 9.606 mg SO_4

（2） 類縁物質 本品 50 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，ピリジン/1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（6：5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で約 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ⅱ） 培地 ペプトン 10.0 g，塩化ナトリウム 30.0 g，肉エキス 3.0 g 及びカンテン 15.0 g を水 1000 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて滅菌後の pH が 6.5 ～ 6.6 となるように調整した後，滅菌し，種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする．

（ⅲ） 標準溶液 コリスチン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 1000000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸

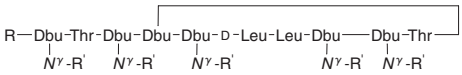
塩緩衝液に溶かして正確に 10 mL とし，標準原液とする．標準原液は 10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液　本品を乾燥し，その約 1000000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 10 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器.

コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム

Colistin Sodium Methanesulfonate



コリスチンAメタンスルホン酸ナトリウム ： R＝6 - メチルオクタン酸
Dbu＝L - α,γ - ジアミノブタン酸
R'＝ SO_3Na

コリスチンBメタンスルホン酸ナトリウム ： R＝6 - メチルヘプタン酸
Dbu＝L - α,γ - ジアミノブタン酸
R'＝ SO_3Na

［*8068-28-8*, コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム］

本品は，コリスチンの誘導体のナトリウム塩である．

本品はコリスチン A メタンスルホン酸ナトリウム及びコリスチン B メタンスルホン酸ナトリウムの混合物である．

本品を乾燥したものは，定量するとき 1 mg 当たり 11500 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，コリスチン A (R＝6-メチルオクタン酸，R′=H, $C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$：1169.46) としての量を単位で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール (95) にほとんど溶けない．

確認試験

(1) 本品 20 mg を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，振り混ぜながら硫酸銅 (Ⅱ) 試液 5 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

(2) 本品 40 mg を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，希ヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき，ヨウ素液の色は消失する．

(3) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

(4) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，30 分間放置したときの pH は 6.5 ～ 8.5 である．

純度試験

(1) 溶状　本品 0.16 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

(2) 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)．

(3) ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により調製し，試験を行う (2 ppm 以下)．

(4) 遊離コリスチン　本品 80 mg を水 3 mL に溶かし，ケイタングステン酸二十六水和物溶液 (1 → 10) 0.05 mL を加え，直ちにプラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉の参照乳濁液と比較するとき，比較液より濃くない (0.25 % 以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下 (0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間)．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌　*Escherichia coli* NIHJ を用いる．

(ii) 培地　ペプトン 10.0 g，塩化ナトリウム 30.0 g，肉エキス 3.0 g 及びカンテン 20.0 g をとり，水 1000 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を用いて滅菌後の pH が 6.5 ～ 6.6 となるように調整した後，滅菌し，種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする．

(iii) 標準溶液　コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品を乾燥し，その適量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，1 mL 中に 100000 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は，10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

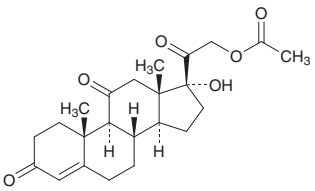
(iv) 試料溶液　本品を乾燥し，その適量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，1 mL 中に約 100000 単位を含む液を調製し，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器.

コルチゾン酢酸エステル

Cortisone Acetate

酢酸コルチゾン



$C_{23}H_{30}O_6$：402.48

17,21-Dihydroxypregn-4-ene-3,11,20-trione 21-acetate

［*50-04-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，コルチゾン酢酸エス

テル（$C_{23}H_{30}O_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加え，しばらく放置するとき，帯黄緑色を呈し，徐々に黄だいだい色に変わる．紫外線を照射するとき，液は淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，退色し，澄明となる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコルチゾン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋207 ～ ＋216°（乾燥後，0.1g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル/水/酢酸（100）混液（70：30：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/アセトニトリル混液（7：3）

移動相 B：アセトニトリル/水混液（7：3）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 5	90	10
5 ～ 25	90 → 10	10 → 90
25 ～ 30	10	90

流量：毎分 1 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルチゾン酢酸エステルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 15 μL から得たコルチゾン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 15 μL につき，上記の条件で操作するとき，コルチゾン酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，コルチゾン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

コルチゾン酢酸エステル（$C_{23}H_{30}O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：コルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（13：7）

流量：コルチゾン酢酸エステルの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，コルチゾン酢酸エステル，内標準物

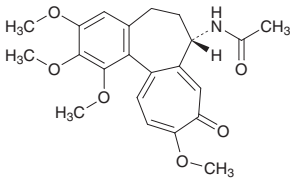
質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

コルヒチン

Colchicine



$C_{22}H_{25}NO_6$：399.44

N-[(7*S*)-(1,2,3,10-Tetramethoxy-9-oxo-5,6,7,9-tetrahydrobenzo[*a*]heptalen-7-yl)]acetamide

[*64-86-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱酢酸エチル物に対し，コルヒチン（$C_{22}H_{25}NO_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は帯黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

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

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 50）0.5 mL を赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 1 g に加え，よくすり混ぜた後，80 ℃ で 1 時間減圧乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−235 ～ −250°（脱水及び脱酢酸エチル物に換算したもの 0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） コルヒセイン　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，その 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は明らかに認められる緑色を帯びない．

（2） 酢酸エチル及びクロロホルム　本品約 0.6 g を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし，更に *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド約 20 mL を入れた 100 mL のメスフラスコを用い，クロロホルム 0.30 g を量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．次に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド約 20 mL を入れた 100 mL のメスフラスコを用い，酢酸エチル約 1.8 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液のクロロホルムのピーク面積は標準溶液（1）のクロロホルムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液及び標準溶液（2）の内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，6.0 % 以下である．

酢酸エチル（$C_4H_8O_2$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：酢酸エチルの秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　1-プロパノールの *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（3 → 200）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 1.0 μm で被覆する．

カラム温度：60 ℃ を 7 分間，必要ならば，その後毎分 40 ℃ で 100 ℃ になるまで昇温し，100 ℃ を 10 分間保持する．

注入口温度：130 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：200 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：酢酸エチルの保持時間が約 3 分になるように調整する．

スプリット比：1：20

システム適合性

検出の確認：標準溶液（2）2 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50 mL とする．この液 2 μL から得た酢酸エチルのピーク面積が，標準溶液（2）の酢酸エチルのピーク面積の 0.11 ～ 0.21 % になることを確認する．

システムの性能：クロロホルム 1 mL をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とする．この液 1 mL 及び酢酸エチル 2 mL をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とする．この液 2 mL をとり，内標準溶液 2 mL を加え，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とする．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチル，クロロホルム，内標準物質の順に流出し，クロロ

ホルムと内標準物質の分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）2 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

（3） 類縁物質　本品 60 mg を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりコルヒチン以外のピークの合計量を求めるとき，5.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 450 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする．この液に薄めたリン酸（7 → 200）を加えて pH を 5.5 に調整する．

流量：コルヒチンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルヒチンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たコルヒチンのピーク面積が，試料溶液のコルヒチンのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コルヒチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 6000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，コルヒチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 25 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.97 mg $C_{22}H_{25}NO_6$

貯　法

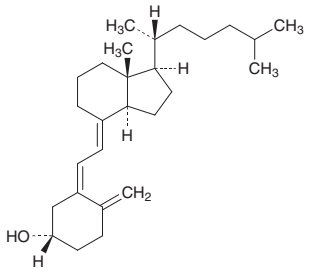
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

コレカルシフェロール

Cholecalciferol

ビタミン D_3



$C_{27}H_{44}O$：384.64

(3*S*,5*Z*,7*E*)−9,10−Secocholesta−5,7,10(19)−trien−3−ol

[*67−97−0*]

本品は定量するとき，コレカルシフェロール（$C_{27}H_{44}O$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶で，においはない．

本品はエタノール（95），クロロホルム，ジエチルエーテル又はイソオクタンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって変化する．

融点：84 ～ 88 ℃　本品を毛細管に入れ，デシケーター（減圧・2.67 kPa 以下）で 3 時間乾燥した後，毛細管を直ちに融封し，予想した融点の約 10 ℃ 下の温度に加熱した浴中に入れ，1 分間に 3 ℃ 上昇するように加熱し，測定する．

確認試験

（1） 本品 0.5 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，無水酢酸 0.3 mL 及び硫酸 0.1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコレカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（265nm）：450 ～ 490（10mg，エタノール（95），1000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+103 ～ +112°（50 mg，エタノール（95），10 mL，100 mm）．この試験は開封後 30 分以内に溶かし，溶液調製後 30 分以内に測定する．

純度試験　7−デヒドロコレステロール　本品 10 mg を薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かし，ジギトニン 20 mg を薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かした液を加え，18 時間放置するとき，沈殿を生じない．

定 量 法　本操作はできるだけ空気又は酸化剤との接触を避け，遮光容器を用いて行う．本品及びコレカルシフェロール標準品約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれイソオクタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピ

ーク面積に対するコレカルシフェロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

コレカルシフェロール（$C_{27}H_{44}O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：コレカルシフェロール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液（1 → 100）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 10 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：常温

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液（997：3）

流量：コレカルシフェロールの保持時間が約 25 分になるように調整する．

カラムの選定：コレカルシフェロール標準品 15 mg をイソオクタン 25 mL に溶かす．この液をフラスコに移し，還流冷却器を付け，油浴中で 2 時間加熱し，速やかに室温まで冷却する．この液を石英試験管に移し，短波長ランプ（主波長 254 nm）及び長波長ランプ（主波長 365 nm）を用いて 3 時間照射する．この液 10 mL に移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，コレカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミン D_3，トランス-ビタミン D_3 及びタチステロール D_3 の保持時間の比は，約 0.5，約 0.6 及び約 1.1 であり，またプレビタミン D_3 とトランス-ビタミン D_3 及びコレカルシフェロールとタチステロール D_3 の分離度がそれぞれ 1.0 以上のものを用いる．

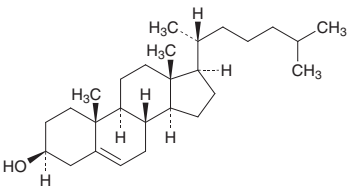
貯　法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換し，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

コレステロール

Cholesterol



$C_{27}H_{46}O$：386.65

Cholest-5-en-3β-ol ［*57-88-5*］

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は粒で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味はない．

本品はクロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく，1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色～淡黄褐色となる．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をクロロホルム 1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

（2）　本品 5 mg をクロロホルム 2 mL に溶かし，無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，青色を経て緑色に変わる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{25}$：−34 ～ −38°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 147 ～ 150 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を共栓フラスコにとり，温エタノール（95）50 mL に溶かし，室温で 2 時間放置するとき，混濁又は沈殿を生じない．

（2）　酸　本品 1.0 g をフラスコに入れ，ジエチルエーテル 10 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10.0 mL を加えて 1 分間振り混ぜた後，ジエチルエーテルを留去し，更に 5 分間煮沸する．冷後，水 10 mL を加え，0.05 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.30 mL 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

コレラワクチン

Cholera Vaccine

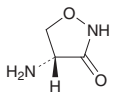
本品は不活化した小川型株及び稲葉型株コレラ菌を含む液状の注射剤である．必要ならば単株の製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準のコレラワクチンの条に適合する．

性　状　本品は白濁した液である．

サイクロセリン

Cycloserine



$C_3H_6N_2O_2$：102.09

(4*R*)-4-Aminoisoxazolidin-3-one ［*68-41-7*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価はサイクロセリン（$C_3H_6N_2O_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したサイクロセリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+108 ～ +114°（乾燥物に換算したもの 2.5 g，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液，50 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.4 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 縮合生成物 本品 20 mg をとり，水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 285 nm における吸光度は，0.8 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.5 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.0 ～ 6.1 とする．

（iii） 標準溶液 サイクロセリン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，24 時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 密閉容器．

酢酸
Acetic Acid

本品は定量するとき，酢酸（$C_2H_4O_2$：60.05）30.0 ～ 32.0 w/v% を含む．

性状 本品は無色澄明の液で，刺激性の特異なにおい及び酸味がある．

本品は水，エタノール（95）又はグリセリンと混和する．

比重 d_{20}^{20}：約 1.04

確認試験 本品は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物 本品 20 mL に水 40 mL を加えて試料溶液とする．試料溶液 10 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硫酸塩 （1）の試料溶液 10 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（3 ppm 以下）．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 （1）の試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 30 分以内に消えない．

（5） 蒸発残留物 本品 30 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

定量法 本品 5 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 60.05 mg $C_2H_4O_2$

貯法 容器 気密容器．

氷酢酸
Glacial Acetic Acid

H_3C-CO_2H

$C_2H_4O_2$：60.05

Acetic acid ［*64-19-7*］

本品は定量するとき，酢酸（$C_2H_4O_2$）99.0 % 以上を含む．

性状 本品は無色澄明の揮発性の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，刺激性の特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

沸点：約 118 ℃

比重 d_{20}^{20}：約 1.049

確認試験 本品の水溶液（1 → 3）は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

凝固点〈2.42〉 14.5 ℃ 以上．

純度試験

（1） 塩化物 本品 10 mL に水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硫酸塩 （1）の試料溶液 10 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 （1）の試料溶液

20 mL に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 30 分以内に消えない．

（5） 蒸発残留物　本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　共栓フラスコに水 10 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 1.5 g を加え，再び精密に量る．次に水 30 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 60.05 mg $C_2H_4O_2$

貯 法 容 器　気密容器．

酢酸ナトリウム水和物

Sodium Acetate Hydrate
酢酸ナトリウム

$H_3C-CO_2Na \cdot 3H_2O$

$C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$：136.08
Monosodium acetate trihydrate ［*6131-90-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，酢酸ナトリウム（$C_2H_3NaO_2$：82.03）99.5 % 以上を含む．

性 状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，清涼な塩味があり，わずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）は酢酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 2.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．これを 10 ℃ に冷却するとき，又は 10 ℃ に冷却した後，0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加えるとき，赤色は消える．

（3） 塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.017 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） カルシウム及びマグネシウム　本品 4.0 g を水 25 mL に溶かし，これに塩化アンモニウム 6 g，アンモニア水（28）20 mL 及び亜硫酸ナトリウム七水和物溶液（1 → 10）0.25 mL を加えて溶かし，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その量は 0.5 mL 以下である（指示薬：メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 0.1 g）．ただし，滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする．

（7） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし，希硫酸 5 mL を加えて煮沸し，0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.50 mL を加え，更に 5 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

乾燥減量〈*2.41*〉　39.0 ～ 40.5 %（1 g，初め 80 ℃ で 2 時間，次に 130 ℃ で 2 時間）．

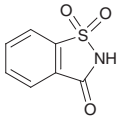
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.203 mg $C_2H_3NaO_2$

貯 法 容 器　気密容器．

サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$：183.18
1,2-Benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide
［81-07-2］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，サッカリン（$C_7H_5NO_3S$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

◆**性 状**　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘い．

本品はエタノール（95）にやや溶けくく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．◆

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

◆**融 点**〈*2.60*〉　226 ～ 230 ℃◆

純度試験

◆（1） 溶状　本品 1.0 g を熱湯 30 mL 又はエタノール（95）50 mL に溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

◆（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(10 ppm 以下).◆

(3) 安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品の加熱した飽和溶液 10 mL に，塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆(4) *o*-トルエンスルホンアミド　本品 10 g を水酸化ナトリウム試液 70 mL に溶かし，酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液（1 → 4）30 mL で洗い，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に *o*-トルエンスルホンアミド 0.10 g をとり，酢酸エチルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：225 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．◆

(5) 硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.20 g をとり，試験を行う．ただし，48 ～ 50 ℃ で 10 分間加温する．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL に溶かし，水 40 mL を加えて混和し，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

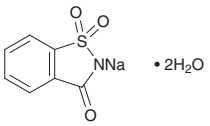
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 18.32 mg $C_7H_5NO_3S$

貯 法 容 器　密閉容器．

サッカリンナトリウム水和物

Saccharin Sodium Hydrate

サッカリンナトリウム



$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$：241.20

2-Sodio-1,2-benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide dihydrate　[*6155-57-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サッカリンナトリウム（$C_7H_4NNaO_3S$：205.17）99.0 ～ 101.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘く，10000 倍の水溶液でも甘味がある．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくい．

本品は空気中で徐々に風解して約半量の結晶水を失う．◆

確認試験

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

(2) 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

◆(1) 溶状　本品 1.0 g を水 1.5 mL 又はエタノール（95）50 mL に溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

(2) 酸又はアルカリ　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

◆(3) 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 0.7 mL 及び水を加えて 50 mL とし，器壁をガラス棒でこすり，結晶が析出し始めたら 1 時間放置する．次に乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．◆

(4) 安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，酢酸（31）5 滴及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆(5) *o*-トルエンスルホンアミド　本品 10 g を水 50 mL に溶かし，酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液（1 → 4）30 mL で洗い，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて脱水した後，

酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に *o*-トルエンスルホンアミド 0.10 g をとり，酢酸エチルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：225 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．◆

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.20 g をとり，試験を行う．ただし，48 ～ 50 ℃ で 10 分間放置する．液の色は色の比較液 A より濃くない．

水　分〈*2.48*〉　15.0 % 以下（0.1 g，容量適定法，直接適定）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，必要ならばわずかに加熱して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.52 mg $C_7H_4NNaO_3S$

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器．◆

サラシ粉

Chlorinated Lime

本品は定量するとき，有効塩素（Cl：35.45）30.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，塩素ようのにおいがある．

本品に水を加えるとき，一部が溶け，液は赤色リトマス紙を青変し，次に徐々にこれを脱色する．

確認試験

（1） 本品に希塩酸を加えるとき，塩素臭のあるガスを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（2） 本品 1 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2）及び（3）を呈する．

定 量 法　本品約 5 g を精密に量り，乳鉢に入れ，水 50 mL を加えてよくすり混ぜた後，水を用いて 500 mL のメスフラスコに移し，水を加えて 500 mL とする．よく振り混ぜ，直ちにその 50 mL を正確にヨウ素瓶にとり，ヨウ化カリウム試液 10 mL 及び希塩酸 10 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 3.545 mg Cl

貯　法

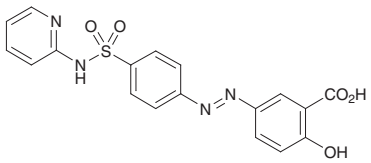
保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

サラゾスルファピリジン

Salazosulfapyridine

スルファサラジン



$C_{18}H_{14}N_4O_5S$：398.39

2-Hydroxy-5-[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenylazo]benzoic acid ［*599-79-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，サラゾスルファピリジン（$C_{18}H_{14}N_4O_5S$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～黄褐色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品はピリジンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：240 ～ 249 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かした液は赤褐色を呈し，これに亜ジチオン酸ナトリウム 0.5 g を振り混ぜながら徐々に加えるとき，液の赤褐色は徐々に退色する．この液を以下（2）～（4）の試験に用いる．

（2） （1）で得た液 1 mL をとり，水 40 mL を加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液で中和し，更に水を加えて 50 mL とし，この液 5 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に退色する．

（3）（1）で得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（4）（1）で得た液 1 mL にピリジン 1 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えて振り混ぜ，次に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（5） 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 12 mL 及び水 36 mL を加えて溶かし，硝酸 2 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 12 mL 及び水 36 mL を加えて溶かし，塩酸 2 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液として，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を分解フラスコにとり，硝酸 20 mL を加え，流動状態になるまで弱く加熱する．冷後，硫酸 5 mL を加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸 5 mL を加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 25 mL とする．この液 5 mL を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 5 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をピリジン 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ピリジンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール（9 → 10）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（6） サリチル酸 本品 0.10 g をとり，ジエチルエーテル 15 mL を加えて激しく振り混ぜ，これに希塩酸 5 mL を加えて 3 分間激しく振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過する．更に水層にジエチルエーテル 15 mL を加えて 3 分間激しく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過し，先のろ液と合わせる．ろ紙上の残留物をジエチルエーテル少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，室温で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発させる．残留物に希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ紙上の残留物を希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液に溶かし，正確に 400 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 535 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，サリチル酸の量は 0.5 % 以下である．

$$\text{サリチル酸（}C_7H_6O_3\text{）の量（\%）} = W_S \times (A_T / A_S) \times 0.05$$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，薄めた過酸化水素（30）（1 → 40）10 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL
= 1.992 mg $C_{18}H_{14}N_4O_5S$

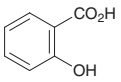
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

サリチル酸

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$：138.12

2-Hydroxybenzoic acid ［69-72-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味があり，刺激性である．

本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験 本品の水溶液（1 → 500）はサリチル酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（3）を呈する．

融 点〈2.60〉 158 ～ 161 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 5.0 g に水 90 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 30 mL をとり，希硝

酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える（0.008 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 （1）のろ液 30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 4 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 C より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（2 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.05 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.81 mg $C_7H_6O_3$

貯 法 容 器 密閉容器．

サリチル酸精
Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）2.7 ～ 3.3 w/v% を含む．

製 法

サリチル酸	30 g
グリセリン	50 mL
エタノール	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

比重 d_{20}^{20}：約 0.86

確認試験 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 520 ～ 535 nm に吸収の極大を示す（サリチル酸）．

アルコール数〈1.01〉 8.8 以上（第 2 法）．

定 量 法 本品 10 mL を正確に量り，エタノール（95）10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，エタノール（95）10 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を正確に加え，更に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水を用いて同様に操作した液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

複方サリチル酸精
Compound Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）1.8 ～ 2.2 w/v% 及びフェノール（C_6H_6O：94.11）0.43 ～ 0.53 w/v% を含む．

製 法

サリチル酸	20 g
液状フェノール	5 mL
グリセリン	40 mL
エタノール	800 mL
常水又は精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡赤色澄明の液である．

比重 d_{20}^{20}：約 0.88

確認試験

（1） 本品 1 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．

（2） 本品 1 mL に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL で抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗った後，希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する．抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（3） 本品 0.5 mL に希塩酸 5 mL を加え，クロロホルム 5 mL で抽出し，試料溶液（1）とする．また，本品 2 mL に希塩酸 5 mL を加え，クロロホルム 5 mL で抽出し，抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗い，試料溶液（2）とする．別にサリチル酸及びフェノール 0.01 g ずつをそれぞれクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液（1），試料溶液（2），標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒と

して約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液（1）及び標準溶液（1）から得たスポットの R_f 値は等しく，試料溶液（2）及び標準溶液（2）から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液（1）から得たスポットは，紫色を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉 7.5 以上（第 2 法）．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.2 g 及び定量用フェノール約 50 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 5)$

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 5)$

W_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用フェノールの秤取量（mg）

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液（1 → 1250）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）

流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

サリチル酸絆創膏
Salicylic Acid Adhesive Plaster

製 法

サリチル酸，細末	500 g
絆創膏基剤	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，精選したゴム，樹脂類，酸化亜鉛及びその他の物質を練り合わせ，粘着性物質とし，布に均等に延べて製する．

性 状 本品の膏面は類白色で，皮膚によく付着する．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

サリチル・ミョウバン散
Salicylated Alum Powder

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）2.7 ～ 3.3 % を含む．

製 法

サリチル酸，細末	30 g
乾燥硫酸アルミニウムカリウム，微末	640 g
タルク，微末	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品は白色の粉末である．

確認試験

（1） 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 520 ～ 535 nm に吸収の極大を示す（サリチル酸）．

（2） 本品 0.3 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定 量 法 本品約 0.33 g を精密に量り，エタノール（95）80 mL を加えてよく振り混ぜた後，更にエタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に

100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を正確に加え，更に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，エタノール（95）10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

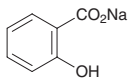
サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$C_7H_5NaO_3$：160.10
Monosodium 2-hydroxybenzoate ［*54-21-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸ナトリウム（$C_7H_5NaO_3$）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

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

（2）本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.02 以下である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を水 15 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にエタノール（95）28 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩　本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4）　亜硫酸塩又はチオ硫酸塩　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，塩酸 1 mL を加えてろ過し，ろ液に 0.05 mol/L ヨウ素液 0.15 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を分解フラスコにとり，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，白煙が生じるまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，冷後，更に過酸化水素（30）2 mL を加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．必要ならば硝酸及び過酸化水素（30）を加えて加熱する操作を繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が生じるまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.01 mg $C_7H_5NaO_3$

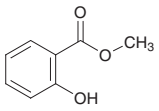
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$：152.15
Methyl 2-hydroxybenzoate ［*119-36-8*］

本品は定量するとき，サリチル酸メチル（$C_8H_8O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色の液で，強い特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

比重　d_{20}^{20}：1.182 ～ 1.192

沸点：219 ～ 224 ℃

確認試験　本品 1 滴に水 5 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 5.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，フェノールレッド試液 2 滴を加え，液の赤色が消えるまで 0.1 mol/L 塩酸で滴定するとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.45 mL 以下で

ある．

（2） 重金属 本品 10.0 mL に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，塩酸 1 滴を加え，硫化水素を通じて飽和するとき，油層及び水層は暗色を呈しない．

定量法 本品約 2 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 2 時間加熱し，冷後，過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 76.07 mg $C_8H_8O_3$

貯法 容器 気密容器．

複方サリチル酸メチル精

Compound Methyl Salicylate Spirit

製法

サリチル酸メチル	40 mL
トウガラシチンキ	100 mL
d–又は *dl*–カンフル	50 g
エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状 本品は帯赤黄色の液で，特異なにおいがあり，味はやくようである．

確認試験

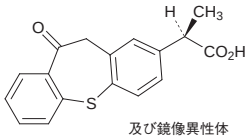
（1） 本品 1 mL に希メタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する（サリチル酸メチル）．

（2） 本品 1 mL にクロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜ，試料溶液とする．別にサリチル酸メチル 0.04 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯法 容器 気密容器．

ザルトプロフェン

Zaltoprofen



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36

(2*RS*)–2–(10–Oxo–10,11–dihydrodibenzo[*b*,*f*]thiepin–2–yl)propanoic acid

[*74711–43–6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のアセトン溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム 0.5 g を加え，徐々に加熱して融解し，炭化する．冷後，薄めた塩酸（1 → 2）5 mL を加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙を黒変する．

（2） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉 135 ～ 139 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（2 → 25）を用いる（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のザルトプロフェンのピーク及びザルトプロフェンに対する相対保持時間約 0.7 のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（300：200：1）

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からザルトプロフェンの保持時間の約 15 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たザルトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：ザルトプロフェン 25 mg 及び安息香酸イソプロピル 50 mg をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ザルトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 29.84 mg $C_{17}H_{14}O_3S$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ザルトプロフェン錠
Zaltoprofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36）を含む．

製 法 本品は「ザルトプロフェン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ザルトプロフェン」80 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）30 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液 1 mL にエタノール（99.5）を加えて 20 mL とする．この液 2 mL にエタノール（99.5）を加えて 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm 及び 329 ～ 333 nm に吸収の極大を示し，波長 241 ～ 245 nm に吸収の肩を示す．

製剤均一性 〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 4 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール（95）を加えてよく振り混ぜた後，1 mL 中にザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）約 4 mg を含む液となるようにエタノール（95）を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，エタノール（95）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液（1 → 1000）

溶 出 性 〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）約 44 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，エタノール（99.5）20 mL に溶かした後，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，溶出試験第 2 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 340 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 75 % 以上である．

ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量（mg）

C：1 錠中のザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 10 個をとり，水 40 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール（95）を加えてよく振り混ぜた後，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とする．この液を遠心分離し，ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）約 8 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，エタノール（95）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，水 4 mL を加えた後にエタノール（95）を加えて溶かし正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，エタノール（95）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につ

き，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（300：200：1）

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

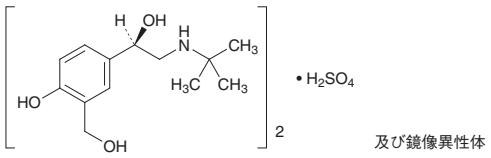
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

サルブタモール硫酸塩

Salbutamol Sulfate

硫酸サルブタモール



及び鏡像異性体

$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：576.70

(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethyl)amino-1-(4-hydroxy-3-hydroxymethylphenyl)ethanol hemisulfate ［*51022-70-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，サルブタモール硫酸塩〔$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 12500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/2-プロパノール/水/アンモニア水（28）混液（25：15：8：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをジエチルアミンの蒸気で飽和した密閉容器中に 5 分間放置した後，噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　ホウ素　本品 50 mg 及びホウ素標準液 5.0 mL をとり，それぞれを白金るつぼに入れ，炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，120 ℃ で 1 時間乾燥し，直ちに強熱灰化する．冷後，残留物に水 0.5 mL 及びクルクミン試液 3 mL を加え，水浴上で 5 分間穏やかに加温する．冷後，酢酸（100）・硫酸試液 3 mL を加えて混和し，30 分間放置した後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，エタノール（95）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 555 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 57.67 mg $(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法　容　　器　気密容器．

酸化亜鉛

Zinc Oxide

亜鉛華

ZnO：81.41

本品を強熱したものは定量するとき，酸化亜鉛（ZnO）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は空気中で徐々に二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品は強熱するとき，黄色となり，冷えると色はもとに戻る．

（2）　本品の希塩酸溶液（1 → 10）は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　炭酸塩及び溶状　本品 20 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，希硫酸 30 mL を加え，水浴上でかき混ぜながら加熱するとき，泡立たない．また，この液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g に水 10 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.20 mL を加えるとき，液は無色である．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g に水 40 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液 20 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.096 % 以下）．

（4）　鉄　本品 1.0 g をとり，薄めた塩酸（1 → 2）50 mL に溶かし，更にペルオキソ二硫酸アンモニウム 0.1 g を加えて溶かし，4-メチル-2-ペンタノン 20 mL で抽出する．次に 4-メチル-2-ペンタノン層に鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて再び抽出し，鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液層を検液とする．別に鉄標準液 1.0 mL をとり，同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液に L-アスコルビン酸溶液（1 → 100）2 mL を加えて混和し，30 分間放置後，2,2′-ビピリジルのエタノール（95）溶液（1 → 200）5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，30 分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（5）　鉛　本品 2.0 g に水 20 mL を加え，かき混ぜながら酢酸（100）5 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉　1.0 % 以下（1 g，850 ℃，1 時間）．

定 量 法　本品を 850 ℃ で 1 時間強熱し，その約 0.8 g を精密に量り，水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 80 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）をわずかに沈殿を生じるまで加え，次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加えた後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 4.071 mg ZnO

貯　法　容　器　気密容器．

酸化カルシウム

Calcium Oxide

生石灰

CaO：56.08

本品を強熱したものは定量するとき，酸化カルシウム（CaO）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の堅い塊で，粉末を含み，においはない．

本品は熱湯に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品 1 g は水 2500 mL にほとんど溶ける．

本品は空気中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品を水で潤すとき，発熱して白色の粉末となり，これを約 5 倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する．

（2）　本品 1 g に水 20 mL を混ぜ，酢酸（31）を滴加して溶かした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸不溶物　本品 5.0 g に水少量を加えて崩壊し，水 100 mL を加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸 1 mL を加える．この液を 5 分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2）　炭酸塩　本品 1.0 g に水少量を加えて崩壊し，水 50 mL とよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の希塩酸を加えるとき，著しく泡立たない．

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品 1.0 g に水 75 mL を混ぜ，塩酸を滴加して溶かし，更に塩酸 1 mL を追加する．1 ～ 2 分間煮沸し，アンモニア試液で中和し，これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後，水浴上で 2 時間加熱する．冷後，水を加えて 200 mL とし，よく混ぜてろ過する．ろ液 50 mL を量り，硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し，残留物を 600 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，その量は 15 mg 以下である．

強熱減量〈*2.43*〉　10.0 % 以下（1 g，900 ℃，恒量）．

定 量 法　本品を 900 ℃ で恒量になるまで強熱し，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，その約 0.7 g を精密に量り，水 50 mL 及び薄めた塩酸（1 → 3）8 mL を加え，加熱し

て溶かし，冷後，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 50 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え，更にNN指示薬 0.1 g を加えた後，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 1.122 mg CaO

貯 法 容 器 気密容器.

酸化チタン
Titanium Oxide

TiO_2：79.87

本品を乾燥したものは定量するとき，酸化チタン（TiO_2）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが，塩酸，硝酸又は希硫酸に溶けない．

本品は硫酸水素カリウム，水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え，加熱して融解するとき，可溶性塩に変わる．

本品 1 g に水 10 mL を加え，振り混ぜた液は中性である．

確認試験 本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加え，白煙を発するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 5 mL に過酸化水素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は黄赤色を呈する．

純度試験

（1） 鉛 本品 1.0 g を白金るつぼにとり，硫酸水素カリウム 10.0 g を加え，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強く加熱し，時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する．冷後，クエン酸水素二アンモニウム溶液（9 → 20）30 mL 及び水 50 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とし，試料原液とする．試料原液 25 mL を分液漏斗に入れ，硫酸アンモニウム溶液（2 → 5）10 mL 及びチモールブルー試液 5 滴を加え，アンモニア試液で中和し，更にアンモニア試液 2.5 mL を加えた後，この液にジチゾンの酢酸 *n*–ブチル溶液（1 → 500）20 mL を正確に加え，10 分間振り混ぜて得た酢酸 *n*–ブチル溶液を試料溶液とする．別に鉛標準液 6.0 mL を白金るつぼにとり，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である（60 ppm 以下）．

使用ガス：
可燃性ガス アセチレン又は水素
支燃性ガス 空気
ランプ：鉛中空陰極ランプ
波長：283.3 nm

（2） ヒ素〈1.11〉（1）の試料原液 20 mL を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 20 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2.0 mL を加え，以下検液と同様に操作する（10 ppm 以下）．

（3） 水可溶物 本品 4.0 g に水 50 mL を加え，よく振り混ぜて一夜放置する．次に塩化アンモニウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ，必要ならば更に塩化アンモニウム試液 2 mL を加え，酸化チタンが沈着した後，水を加えて 200 mL とし，よく振り混ぜ，二重ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，澄明なろ液 100 mL をとり，水浴上で蒸発した後，650 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，残留物の量は 5.0 mg 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，るつぼに入れ，二硫酸カリウム 3 g を加え，ふたをし，初めは弱く，次に徐々に温度を上げ，内容物が融解した状態で 30 分間加熱し，更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明な液となる程度に 30 分間加熱する．冷後，るつぼの内容物を 250 mL のビーカーに移し，更に水 75 mL 及び硫酸 2.5 mL の混液で洗い込み，水浴上でほとんど澄明になるまで加熱する．これに L–酒石酸 2 g を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 2 ～ 3 滴を加え，アンモニア試液で中和し，薄めた硫酸（1 → 2）1 ～ 2 mL を加えて酸性とし，硫化水素を十分に通じる．次にアンモニア試液 30 mL を加え，再び硫化水素を通じて飽和した後，10 分間放置してろ過する．ろ紙上の沈殿を硫化アンモニウム試液 2.5 mL を含む L–酒石酸アンモニウム溶液（1 → 100）25 mL ずつで 10 回洗う．ろ過及び洗浄のときにはろ紙を液で満たして硫化鉄（Ⅱ）の酸化を防ぐ．ろ液及び洗液を合わせ，薄めた硫酸（1 → 2）40 mL を加え，煮沸して硫化水素を除き，冷後，水を加えて 400 mL とする．これにクペロン試液 40 mL をかき混ぜながら徐々に加え，放置して黄色の沈殿が沈着した後，更に白色の沈殿が生じるまでクペロン試液を加える．沈殿を軽く吸引しながら定量分析用ろ紙でろ過し，薄めた塩酸（1 → 10）で 20 回洗い，最後はやや強く吸引して水分を除く．沈殿をろ紙とともに 70 ℃ で乾燥し，質量既知のるつぼに入れ，初めは極めて弱く，煙を発しなくなればしだいに強く加熱し，900 ～ 950 ℃ で恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量り，酸化チタン（TiO_2）の量とする．

貯 法 容 器 密閉容器.

酸化マグネシウム
Magnesium Oxide

MgO：40.30

本品を強熱したものは定量するとき，酸化マグネシウム（MgO）96.0 % 以上を含む．

本品の 5 g の容積が 30 mL 以下のものは別名として重質酸化マグネシウムと表示することができる．

性 状 本品は白色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気中で湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験 本品の希塩酸溶液（1 → 50）はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ及び可溶性塩 本品 2.0 g をビーカーにとり，水 100 mL を加え，時計皿で覆い，水浴上で 5 分間加熱した後，直ちにろ過し，冷後，ろ液 50 mL をとり，メチルレッド試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 2.0 mL を加えるとき，液の色は赤色である．また，ろ液 25 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 10 mg 以下である．

（2） 炭酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて煮沸し，冷後，酢酸（31）5 mL を加えるとき，ほとんど泡立たない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を希塩酸 20 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 35 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸 2 mL，鉛標準液 4.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品 40 mg をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（500 ppm 以下）．

（5） 酸化カルシウム 本品を強熱し，その約 0.25 g を精密に量り，希塩酸 6 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，水 300 mL 及び L-酒石酸溶液（1 → 5）3 mL を加え，更に 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール溶液（3 → 10）10 mL，8 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL を加え，5 分間放置した後，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：NN 指示薬 0.1 g）．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 0.5608 mg CaO

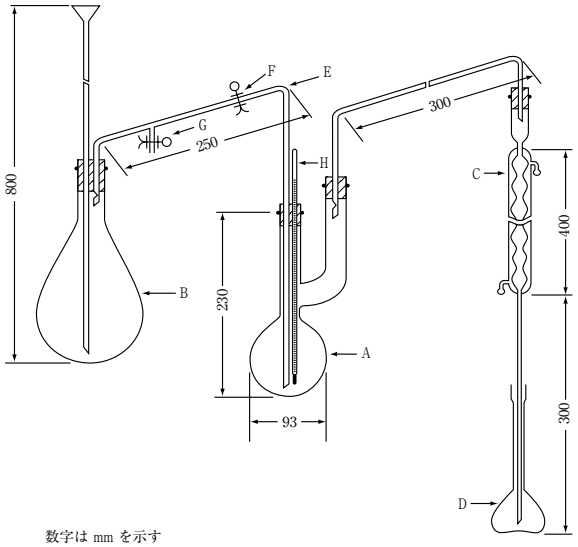
酸化カルシウム（CaO：56.08）の量は 1.5 % 以下である．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.20 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（10 ppm 以下）．

（7） 酸不溶物 本品 2.0 g に水 75 mL を加え，振り混ぜながら塩酸 12 mL を滴加し，5 分間煮沸する．不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙と共に強熱して灰化するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（8） フッ化物

（i） 装置 図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．



数字は mm を示す

A：容量約 300 mL の蒸留フラスコ
B：容量約 100 mL の水蒸気発生器
突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器 容量 200 mL のメスフラスコ
E：内径約 8 mm の水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

（ii） 操作法 本品 5.0 g をとり，水 20 mL を用いて蒸留フラスコ A に洗い込み，ガラスウール約 1 g 及び薄めた精製硫酸（1 → 2）50 mL を加える．A をあらかじめ水蒸気導入管 E に水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器 D には，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び水 10 mL を入れ，冷却器 C の下端をこの液に浸す．A を徐々に加熱して液の温度が 130 ℃ になったとき，ゴム管 F を開いてゴム管 G を閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器 B から水蒸気を通じる．同時に A 中の液の温度を 135 ～ 145 ℃ に保つように A を加熱する．蒸留速度は 1 分間約 10 mL とする．留液が約 170 mL になったとき，蒸留を止め，C の少量を水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に 200 mL とし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．

試験液中のフッ素（F：19.00）の量（mg）
= 標準液 5 mL 中のフッ素の量（mg）
$\times (A_T / A_S) \times (200 / V)$

フッ素（F）の量は 0.08 % 以下である．

強熱減量〈*2.43*〉 10 % 以下（0.25 g，900 ℃，恒量）．

定 量 法 本品を 900 ℃ で恒量になるまで強熱し，その約 0.2 g を精密に量り，水 10 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験（5）で得た酸化カルシウム（CaO）に対応する 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.015 mg MgO

酸化カルシウム（CaO）1 mg
= 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 0.36 mL

貯 法 容 器 気密容器.

三酸化ヒ素

Arsenic Trioxide
亜ヒ酸
三酸化二ヒ素

As_2O_3：197.84

本品を乾燥したものは定量するとき，三酸化ヒ素（As_2O_3）99.5 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の粉末で，においはない.

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験 本品 0.2 g に水 40 mL を加え，水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験 溶状 本品 1.0 g をアンモニア試液 10 mL に弱く加熱して溶かすとき，液は澄明である.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 25）20 mL を加え，必要ならば加温して溶かす．水 40 mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加え，液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後，炭酸水素ナトリウム 2 g，水 50 mL を加え，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）.

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 4.946 mg As_2O_3

貯 法 容 器 気密容器.

酸素

Oxygen

O_2：32.00

本品は定量するとき，酸素（O_2）99.5 vol% 以上を含む.

性 状 本品は無色のガスで，においはない.

本品 1 mL は温度 20 ℃，気圧 101.3 kPa で水 32 mL 又はエタノール（95）7 mL に溶ける.

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.429 g である.

確認試験

（1） 本品に木片の燃えさしを入れるとき，木片は直ちに燃える.

（2） 本品及び酸素 1 mL ずつを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，純度試験（5）の操作条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，本品から得た主ピークの保持時間は，酸素の保持時間に一致する.

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上，18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする.

（1） 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びブロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え，5 分間煮沸する．その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A，B 及び C に入れる．更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を，B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え，密栓をして冷却する．次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき，液の色は B 管中の液のだいだい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない.

（2） 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える.

（3） 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり，これに酢酸（100）1 滴ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 2000 mL を（1）と同様の方法で 30 分間で通じるとき，A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである.

（4） 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり，これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の混濁は B 液の混濁と同じである.

（5） 窒素 本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，窒素のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積 A_S を求めるとき，A_T は A_S より大きくない.

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 250 ～ 355 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする.

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 5 分になるように調整する.

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

定 量 法

（ⅰ） 装置　図に示すものを用いる．A は二方活栓 a を有する 100 mL のガスビュレットで，b ～ c，d ～ e 及び e ～ f は 0.1 mL 目盛り，c ～ d は 2 mL 目盛りである．A は水準管 B と肉厚ゴム管で連結し，A 及び B のほぼ半容に達する量の塩化アンモニウム・アンモニア試液を満たす．ガスピペット C の吸収球 g には直径 2 mm 以下の線状の銅をコイル状に細く巻いたものを多数上部に達するまで詰め，更に塩化アンモニウム・アンモニア試液 125 mL を入れ，ゴム栓 i を閉じ，A と肉厚ゴム管で連結する．

（ⅱ） 操作法　a を開き B を下げて g 中の液を a の活栓孔のところまで吸い上げた後，a を閉じ，次に a の試料導入管 h に通じる孔を開き，B を上げて塩化アンモニウム・アンモニア試液を A 及び h 中に全満した後，a を閉じ，試料容器を h につなぎ再び a を開いて，B を下げながら本品約 100 mL を精密に量る．a の C に通じる孔を開き B を上げて本品を g 中へ送り込み，a を閉じて C を 5 分間，前後に穏やかに振り動かす．吸収されずに残るガスを a を開き B を下げて A 中へ戻し，その容量を量る．この操作を繰り返し，吸収されずに残るガスの量が恒量になったときその容量を量り V（mL）とする．ただし，C 中の塩化アンモニウム・アンモニア試液を新たにした場合は少なくとも 4 回上記の操作を繰り返した後の定量値を採用する．V 及び本品の採取量を 20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算する．

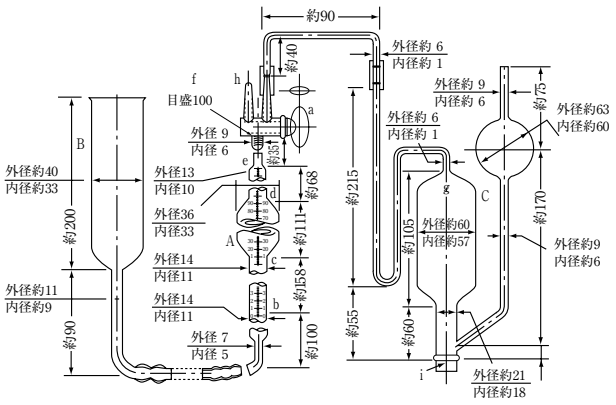
酸素（O_2）の量（mL）
＝試料の採取量の換算値（mL）－ V の換算値（mL）

貯　法

保存条件　40 ℃ 以下で保存する．
容　　器　耐圧金属製密封容器．

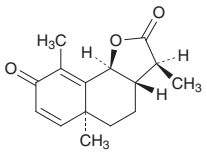
b ～ c＝0.1 mL目盛
c ～ d＝ 2 mL目盛
d ～ e＝0.1 mL目盛
e ～ f＝0.1 mL目盛

目盛線は，赤色とする．
b ～ f＝100 mL



サントニン

Santonin



$C_{15}H_{18}O_3$：246.30
(3*S*,3a*S*,5a*S*,9b*S*)-3,5a,9-Trimethyl-3a,5,5a,9b-tetrahydronaphtho[1,2-*b*]furan-2,8(3*H*,4*H*)-dione
[*481-06-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって黄色になる．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（3 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－170 ～ －175°（0.2 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 172 ～ 175 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） アルカロイド 本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 100）20 mL を加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 10 mL に水を加えて 30 mL とし，この液にヨウ素試液 3 滴を加えて 3 時間放置するとき，液は混濁しない．

（3） アルテミシン 本品を粉末とし，その 1.0 g にクロロホルム 2 mL を加え，わずかに加温して溶かすとき，液は澄明で黄色を呈しないか，又は黄色を呈しても色の比較液 A より濃くない．

（4） フェノール類 本品 0.20 g に水 10 mL を加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液が黄色を呈するまで臭素試液を加えるとき，液は混濁しない．

（5） 酸呈色物 本品 10 mg を硝酸で潤すとき，直ちに呈色しない．また 0 ℃ に冷却した硫酸で潤すとき，直ちに呈色しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，エタノール（95）10 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L

水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 5 分間加熱する．急冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 24.63 mg $C_{15}H_{18}O_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジアスターゼ

Diastase

本品は主として麦芽から製したもので，でんぷん消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1 g 当たり 440 でんぷん糖化力単位以上を含む．

本品は，通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性　状　本品は淡黄色～淡褐色の粉末である．

本品は吸湿性である．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

乾燥減量〈2.41〉　4.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法

（ⅰ）　基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．

（ⅱ）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．

（ⅲ）　操作法　消化力試験法〈4.03〉のでんぷん消化力試験法（ⅰ）でんぷん糖化力測定法により操作する．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジアスターゼ・重曹散

Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製　法

ジアスターゼ	200 g
炭酸水素ナトリウム	300 g
沈降炭酸カルシウム	400 g
酸化マグネシウム	100 g
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性　状　本品は淡黄色で，特異な塩味がある．

貯　法　容　　器　密閉容器．

複方ジアスターゼ・重曹散

Compound Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製　法

ジアスターゼ	200 g
炭酸水素ナトリウム	600 g
酸化マグネシウム	150 g
ゲンチアナ末	50 g
全　　量	1000 g

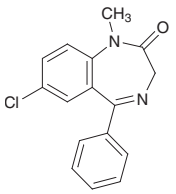
以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性　状　本品はわずかに褐色を帯びた淡黄色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ジアゼパム

Diazepam



$C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*439-14-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジアゼパム（$C_{16}H_{13}ClN_2O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品 2 mg を硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）200 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，青色～ 青緑色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（285 nm）：425 ～ 445〔乾燥後，2 mg，硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000），200 mL〕．

融　点〈2.60〉　130 ～ 134 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.47 mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

シアナミド

Cyanamide

H_2N-CN

CH_2N_2：42.04

Aminonitrile ［*420-04-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シアナミド（CH_2N_2）97.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（99.5）又はアセトンに極めて溶けやすい．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

本品は吸湿性である．

融点：約 46 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2） 本品のアセトン溶液（1 → 100）1 ～ 2 滴を赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により製した臭化カリウム錠剤に滴加し，風乾した後，赤外吸収スペクトル法〈2.25〉の薄膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

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

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

水分〈2.48〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，希硝酸 2 ～ 3 滴を加えた後，アンモニア試液 10 mL を加える．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加え，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，希硝酸で中和した後，更に希硝酸 3 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 2.102 mg CH_2N_2

貯法

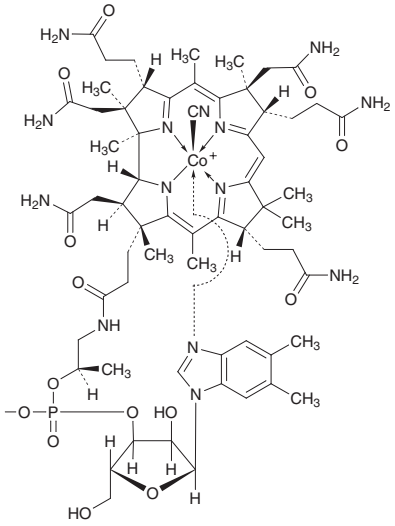
保存条件 冷所に保存する．

容器 気密容器．

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミン B_{12}



$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37

Coα-[*α*-(5,6-Dimethylbenz-1*H*-imidazol-1-yl)]-*Coβ*-cyanocobamide ［*68-19-9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は暗赤色の結晶又は粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシアノコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 3 mL を加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g，希酢酸 0.5 mL 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 → 500）0.5 mL を加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸 0.5 mL を追加し，1 分間煮沸しても液の赤色は消えない．

（3）　本品 5 mg を 50 mL の蒸留フラスコにとり，水 5 mL に溶かし，ホスフィン酸 2.5 mL を加えた後，短い冷却器を付け，冷却器の先端は試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）1 mL 中に浸す．次いで，10 分間穏やかに煮沸し，留液 1 mL を得るまで蒸留する．試験管中の液に硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）飽和溶液 4 滴を加えて穏やかに振り混ぜ，フッ化ナトリウム 0.03 g を加えて沸騰するまで加熱した後，直ちに薄めた硫酸（1 → 7）を液が澄明になるまで滴加し，更に薄めた硫酸（1 → 7）3 ～ 5 滴を追加するとき，液は青色～青緑色を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 20 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　プソイドシアノコバラミン　本品 1.0 mg を水 20 mL に溶かし，分液漏斗に入れ，*m*-クレゾール/四塩化炭素混液（1：1）5 mL を加え，1 分間激しく振り混ぜた後，放置して下層を別の分液漏斗に移し，薄めた硫酸（1 → 7）5 mL を加え，激しく振り混ぜる．必要ならば遠心分離するとき，上澄液の色は無色か，又は次の比較液より濃くない．

比較液：0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.6 mL に水を加えて 1000 mL とする．

乾燥減量〈*2.41*〉　12 % 以下（50 mg，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（Ⅴ），100 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品及びシアノコバラミン標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 1000 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 361 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

シアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

シアノコバラミン注射液

Cyanocobalamin Injection

ビタミン B_{12} 注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 115.0 % に対応するシアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37）を含む．

製　法　本品は「シアノコバラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は淡赤色～赤色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：4.0 ～ 5.5

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 279 nm，360 ～ 362 nm 及び 548 ～ 552 nm に吸収の極大を示す．また，波長 360 ～ 362 nm 及び 548 ～ 552 nm の吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき，A_2/A_1 は 0.29 ～ 0.32 である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のシアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 100

mL とし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品（別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．以下「シアノコバラミン」の定量法を準用する．

シアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量（mg）

貯　法

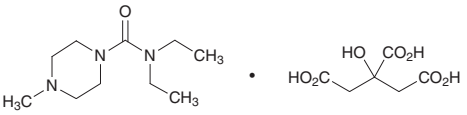
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩

Diethylcarbamazine Citrate

クエン酸ジエチルカルバマジン



$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42

N,*N*−Diethyl−4−methylpiperazine−1−carboxamide monocitrate ［*1642−54−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，酸味及び苦味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，アセトン，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えた後，クロロホルム 5 mL ずつで 4 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせて水 10 mL で洗った後，クロロホルムを水浴上で蒸発し，残留物にヨードエタン 1 mL を加え，還流冷却器を付けて 5 分間穏やかに煮沸する．次に空気を送りながら過量のヨードエタンを蒸発して除き，エタノール（95）4 mL を加えて氷水中で冷却し，かき混ぜながら沈殿を生じるまでジエチルエーテルを加え，沈殿が結晶になるまでかき混ぜる．30 分間氷水中に放置した後，結晶をろ取し，エタノール（95）4 mL に溶かし，同じ操作を繰り返して再結晶し，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 151 ～ 155 ℃ である．

（2）　（1）のクロロホルムで抽出した残液に希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

融　点〈2.60〉　135.5 ～ 138.5 ℃

純度試験　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.75 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.14 mg $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯 法 容　器　気密容器．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

Diethylcarbamazine Citrate Tablets

クエン酸ジエチルカルバマジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42）を含む．

製　法　本品は「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.5 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，以下「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.8 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとり，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する．水層を分取し，希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，更に内標準溶液 20 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，水層を除き，クロロホルム層を試料溶液とする．別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水 10 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，クロロホルム層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*-オクタデカンのクロロホルム溶液（1 → 1250）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル-メチルシリコーンポリマーをシラン処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：145 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ジエチルカルバマジンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

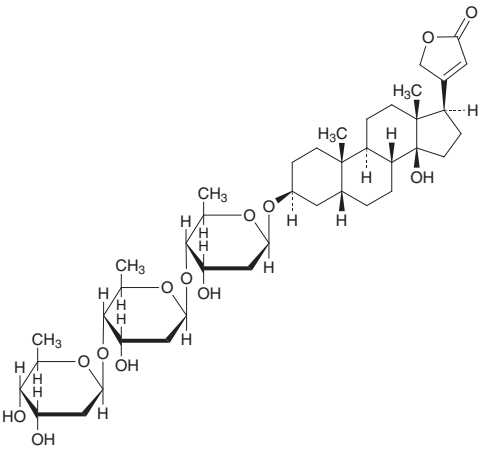
システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジエチルカルバマジン，内標準物質の順に流出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　器　密閉容器．

ジギトキシン

Digitoxin



$C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94

3β-[2,6-Dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-14-hydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide　[*71-63-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）90.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（2）　本品 2 mg に新たに調製した 1,3-ジニトロベンゼンのエタノール（95）溶液（1 → 100）25 mL を加え，振り混ぜて溶かす．この液 2 mL をとり，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール（95）溶液（1 → 200）2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は徐々に赤紫色を呈し，次に退色する．

（3）　本品及びジギトキシン標準品 1 mg ずつをエタノール（95）/クロロホルム混液（1：1）50 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+16 ～ +18°（乾燥後，0.5 g，クロロホルム，20 mL，200 mm）．

純度試験　ジギトニン　本品 10 mg をとり，かき傷のない試験管に入れ，エタノール（95）2 mL に溶かし，コレステロールのエタノール（95）溶液（1 → 200）2 mL を加えて穏やかに混ぜ，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5 % 以下（0.5 g，減圧，100 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（0.1 g）．

定　量　法　本品及びジギトキシン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水 12.5 mL を加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジギトキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液（3 → 1000000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：メタノール/水混液（3：1）
流量：ジギトキシンの保持時間が約 5 分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジギトキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ジギトキシン錠
Digitoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94）を含む．

製　法　本品は「ジギトキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従いジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）2 mg に対応する量をとり，分液漏斗に入れ，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，クロロホルム 30 mL を加え激しく振り混ぜる．クロロホルム抽出液を少量の無水硫酸ナトリウムを置いた漏斗を用いてろ過し，すり合わせのナス型フラスコに入れる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物をクロロホルム 10 mL に溶かす．この液 5 mL を内径約 10 mm の小試験管にとり，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物につき，「ジギトキシン」の確認試験（1）を準用する．
（2）　（1）で得たクロロホルム溶液 4 mL を減圧で加温して蒸発乾固し，残留物に新たに調製した 1,3-ジニトロベンゼンのエタノール（95）溶液（1 → 100）10 mL を加え，振り混ぜて溶かす．この液 2 mL につき，「ジギトキシン」の確認試験（2）を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を 50 mL のビーカーにとり，水 0.5 mL を加えて崩壊させ，アセトニトリル 5 mL を加え，時計皿でビーカーを覆い，水浴上で 5 分間加温する．冷後，ビーカーの中の液を分液漏斗 A に移し，ビーカーはクロロホルム 30 mL，次いで水 20 mL で洗い，洗液は分液漏斗 A に合わせ，よく振り混ぜて抽出する．クロロホルム抽出液は，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）5 mL を入れた分液漏斗 B に分取し，振り混ぜて洗った後，クロロホルム層はあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてフラスコにろ過する．分液漏斗 A の水層は更にクロロホルム 30 mL ずつで 2 回抽出し，それぞれの抽出液は先に用いた分液漏斗 B 中の炭酸水素ナトリウム溶液で洗った後，同様にろ過し，ろ液は先のろ液に合わせる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物に 1 mL 中にジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）約 5 μg を含む液となるように薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に V mL とし，20 分間激しく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を 100 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたエタノール（4 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール（4 → 5）2 mL ずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管 T，S 及び B に入れる．次に 0.02 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加えて振り混ぜ，直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長 400 nm，蛍光の波長 570 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定する．

ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の量（mg）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (V / 2000)$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に適当な方法で脱気した薄めた塩酸（3 → 500）500 mL を用い，回転バスケット法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 a+15 mL をとり，直ちに 37 ± 0.5 ℃ に加温した同容量の試験液を注意して補う．溶出液 a+15 mL は孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．表示量に従いジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）約 2 μg に対応する容量の試料溶液 a mL を正確に量り，共栓遠心沈殿管 T_{30} に入れ，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間加温する．更に溶出試験開始 60 分後，溶出液 a+15 mL をとり，同様に操作した後，試料溶液 a mL を正確に量り，共栓遠心沈殿管 T_{60} に入れる．別にジギトキシン標準品を 100 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，表示量の 100 倍量を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 500 mL とし，37 ± 0.5 ℃ で 60 分間加温した後，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を標準溶液とする．標準溶液及び試験液 a mL ずつを正確に量り，共栓遠心沈殿管 T_S 及び T_B に入れる．それぞれの共栓遠心沈殿管 T_{30}，T_{60}，T_S 及び T_B にクロロホルム 7 mL ずつを正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離を行う．水層を除き，クロロホルム層の 5 mL を正確に量り，それぞれ褐色の試験管 T'_{30}，T'_{60}，T'_S 及び T'_B に入れ，この液のクロロホルムを留去した後，0.05 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 4 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，10 分間放置する．次に希過酸化水素試液 0.5 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長 395 nm，蛍光の波長 560 nm における蛍光の強さ F_{30}，F_{60}，F_S，及び F_B を測定するとき，本品の 30 分間及び 60 分間の溶出率はそれぞれ 60 % 以上及び 85 % 以上である．

本品は再試験の規定を適用しない．

30 分間におけるジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times \{(F_{30} - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C)$

60 分間におけるジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times \left(\frac{F_{60} - F_B}{F_S - F_B} + \frac{F_{30} - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{a + 15}{500} \right) \times \frac{1}{C}$$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の表示量（mg）
$a + 15$：規定時間の溶出液の採取量（mL）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，水 12.5 mL を加えて 10 分間振り混ぜる．次に内標準溶液 10 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を 100 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水 12.5 mL を加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ジギトキシン」の定量法を準用する．

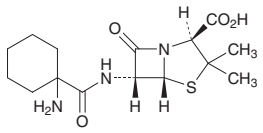
ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.025$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 アセナフテンのメタノール溶液（3 → 1000000）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

シクラシリン
Ciclacillin



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43
(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(1-Aminocyclohexanecarbonyl)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid ［*3485-14-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，シクラシリン（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクラシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+300 ～ +315°（2 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験
（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水 分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びシクラシリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シクラシリン（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：シクラシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 オルシンの移動相溶液（1 → 500）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：酢酸アンモニウム 0.771 g を水約 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 4.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 850 mL にアセトニトリル 150 mL を加える．
流量：シクラシリンの保持時間が約 4 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シクラシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

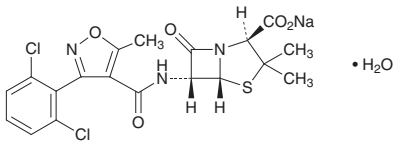
貯 法 容 器 気密容器．

ジクロキサシリンナトリウム水和物

Dicloxacillin Sodium Hydrate

ジクロキサシリンナトリウム

メチルジクロロフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{16}Cl_2N_3NaO_5S \cdot H_2O$：510.32

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2,6-dichlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate ［*13412-64-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 910 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジクロキサシリン（$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_5S$：470.33）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii）　標準溶液　ジクロキサシリンナトリウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，24 時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

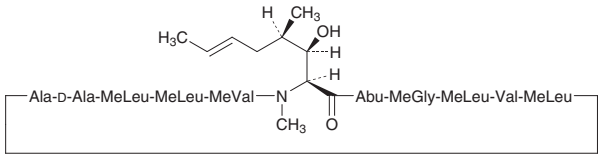
（iv）　試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

シクロスポリン

Ciclosporin

サイクロスポリン A



Abu = (2*S*)-2-アミノ酪酸

MeGly = *N*-メチルグリシン

MeLeu = *N*-メチルロイシン

MeVal = *N*-メチルバリン

$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$：1202.61

cyclo{-[(2*S*,3*R*,4*R*,6*E*)-3-Hydroxy-4-methyl-2-methylaminooct-6-enoyl]-L-2-aminobutanoyl-*N*-methylglycyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-valyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-alanyl-D-alanyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-valyl-} ［*59865-13-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シクロスポリン（$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$）98.5 ～ 101.5 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクロスポリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－185 ～ －193°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液（1），（2）又は（3）より濃くない．

比較液（1）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.8 mL をそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

比較液（2）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL，塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.3 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.5 mL をそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

比較液（3）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.5 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の 0.7 倍より大きくない．また，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシクロスポリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たシクロスポリンのピーク面積が，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品及びシクロスポリン標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれを水/アセトニトリル混液（1：1）に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のシクロスポリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

シクロスポリン（$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したシクロスポリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．なお，試料導入部とカラムは内径 0.3 mm，長さ 1 m のステンレス管で接続する．

カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度（試料導入部とカラムを接続するステンレス管を含む．）

移動相：水/アセトニトリル/*tert*-ブチルメチルエーテル/リン酸混液（520：430：50：1）

流量：シクロスポリンの保持時間が約 27 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シクロスポリン U 3 mg を水/アセトニトリル混液（1：1）2.5 mL に溶かし，標準溶液 2.5 mL を加える．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，シクロスポリン U，シクロスポリンの順に溶出し，その分離度は 1.2 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

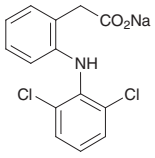
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジクロフェナクナトリウム

Diclofenac Sodium



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$：318.13

Monosodium 2-(2,6-dichlorophenylamino)phenylacetate

［*15307-79-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナクナトリウム（$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 250）1 mL に硝酸 1 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品 5 mg につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，淡緑色を呈する．

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

（4） 本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液

を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たジクロフェナクのピーク以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（3 → 2500）混液（4：3）

流量：ジクロフェナクの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジクロフェナクの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル 35 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.05 g を移動相 100 mL に溶かし，この液 1 mL をとり，移動相を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジクロフェナクのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 40 mL に溶かし，希塩酸 2 mL を加え，生じた沈殿をクロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し，抽出液は毎回クロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する．分液漏斗の先端及び脱脂綿はクロロホルム 15 mL で洗い，洗液は抽出液に合わせ，1 mol/L 塩酸試液のエタノール（99.5）溶液（1 → 100）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．

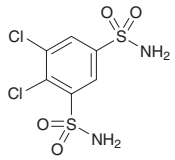
0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 31.81 mg $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$

貯法 容器 気密容器．

ジクロフェナミド

Diclofenamide

ジクロルフェナミド



$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16

4,5-Dichlorobenzene-1,3-disulfonamide ［*120-97-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）98.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に塩酸 0.1 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロフェナミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉 237 ～ 240 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.160 % 以下）．

（2） セレン 本品 0.10 g に過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 2 mL を加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸 4 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセレン標準液 3 mL を正確に量り，過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 6 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれ A_T 及び A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（30 ppm 以下）．

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0 nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約 1000 ℃ とする．

キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジクロフェナミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ジクロフェナミドの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たジクロフェナミドのピーク面積が，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジクロフェナミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品及びジクロフェナミド標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相 30 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸ナトリウム試液/アセトニトリル混液（1：1）

流量：ジクロフェナミドの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジクロフェナミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

ジクロフェナミド錠

Diclofenamide Tablets

ジクロルフェナミド錠

本品は定量するとき，表示量の 92 ～ 108 % に対応するジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16）を含む．

製法 本品は「ジクロフェナミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジクロフェナミド」0.2 g に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物 0.01 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に塩酸試液 0.1 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 284 ～ 288 nm 及び 293 ～ 297 nm に吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を 100 ℃，減圧・0.67 kPa 以下で 5 時間乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，エタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

W_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉

末とする．ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，移動相 25 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を 100 ℃，減圧・0.67 kPa 以下で 5 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相 30 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ジクロフェナミド」の定量法を準用する．

ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

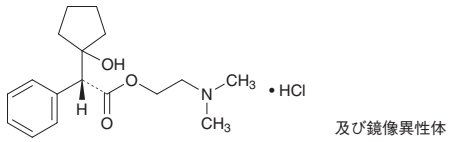
W_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（3 → 5000）

貯　法　容　器　密閉容器．

シクロペントラート塩酸塩

Cyclopentolate Hydrochloride
塩酸シクロペントラート



$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl：327.85
2-(Dimethylamino)ethyl (2*RS*)-2-(1-hydroxycyclopentyl)phenylacetate monohydrochloride
[*5870-29-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シクロペントラート塩酸塩（$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又は特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95），酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.2 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，1 分間煮沸する．冷後，硝酸 2 滴を加えるとき，フェニル酢酸ようのにおいを発する．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

融　点〈*2.60*〉　135 ～ 138 ℃

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/酢酸 *n*-ブチル/水/アンモニア水（28）混液（100：60：23：17）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 10）を均等に噴霧し，120 ℃ で 30 分間加熱した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（1 g）．

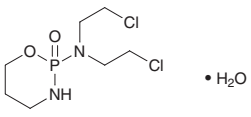
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.79 mg $C_{17}H_{25}NO_3$・HCl

貯　法　容　器　気密容器．

シクロホスファミド水和物

Cyclophosphamide Hydrate
シクロホスファミド



$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P$・H_2O：279.10
N,*N*-Bis(2-chloroethyl)-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-1,3,2-oxazaphosphorin-2-amine 2-oxide monohydrate
[*6055-19-2*]

本品は定量するとき，シクロホスファミド水和物（$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P$・H_2O）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95），無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

融点：45 ～ 53 ℃

確認試験

（1） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，硝酸銀試液 5 mL を加えるとき，沈殿を生じない．この液を煮沸するとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

（2） 本品 0.02 g に薄めた硫酸（1 → 25）1 mL を加え，白煙を生じるまで加熱する．冷後，水 5 mL を加えて振り混ぜ，アンモニア試液で中和した後，希硝酸を加えて酸性とする．この液はリン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.40 g をとり，20 ℃ 以下で試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉 5.5 ～ 7.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，塩化水素・エタノール試液 15 mL を加え，還流冷却器を付け，吸湿を防ぎながら，水浴中で 3.5 時間加熱した後，エタノールを減圧で留去する．残留物を無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）40 mL に溶かし，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
　= 13.96 mg $C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$

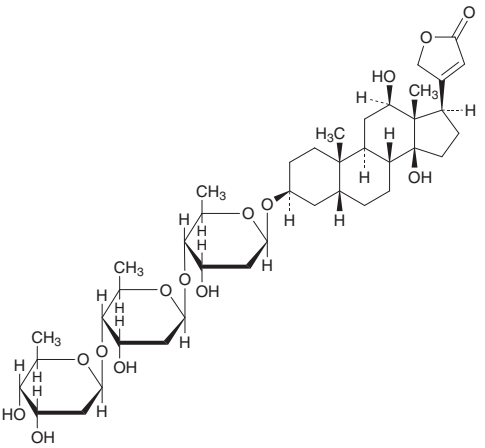
貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジゴキシン

Digoxin



$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94

3*β*-[2,6-Dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12*β*,14-dihydroxy-5*β*,14*β*-card-20(22)-enolide　[*20830-75-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）96.0 ～ 106.0 % を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+10.0 ～ +13.0°（乾燥後，0.2 g，無水ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g に薄めたエタノール（4 → 5）15 mL を加え，70 ℃ に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 25.0 mg を正確に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 10 mL 及び希エタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にギトキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その 5.0 mg を正確に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 50

mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギトキシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求めるとき，A_T は A_S より大きくない．また，試料溶液から得たジゴキシン及びギトキシン以外のピークの合計面積は面積百分率法により求めるとき，3 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確にとり，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン 25 mg を温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）5 mL を正確に加えた後，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，減圧，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品及びジゴキシン標準品を乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，それぞれを温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジゴキシン錠
Digoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 105.0 % に対応するジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94）を含む．

製 法 本品は「ジゴキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジゴキシン」0.5 mg に対応する量をとり，メタノール 2 mL を加えて，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品 0.5 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（3 → 100）1 容量にトリクロロ酢酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 4）4 容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱した後，紫外線（主波長 366 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 0.5 mL を加えて崩壊させ，内標準溶液 0.5 mL を正確に加えた後，1 mL 中にジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）約 21 μg を含む液となるように希エタノール V mL を加え 20 分間超音波処理した後，5 分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 0.5 mL を正確に加え，水 1.5 mL 及び希エタノール（V−2）

mL を加えて標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 200)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピル 1 g をエタノール（95）に溶かし，40000/V mL とする．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液には薄めた塩酸（3 → 500）500 mL を用い，回転バスケット法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，60 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，少量のエタノール（95）に溶かした後，エタノール（95）4 容量に水 1 容量を加えた液を加えて正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管に入れる．これらに 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起波長 360 nm，蛍光波長 485 nm における蛍光強度 F_T，F_S 及び F_B を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 65 % 以上である．

本品は再試験の規定を適用しない．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）約 2.5 mg に対応する量を精密に量り，希エタノール 30 mL を加え，20 分間超音波処理した後，5 分間振り混ぜる．内標準溶液 5 mL を正確に加え，希エタノールを加えて 50 mL とし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジゴキシン注射液
Digoxin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 105.0 % に対応するジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94）を含む．

製　法　本品は「ジゴキシン」を 5 ～ 50 vol% エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い 1 mL 中に「ジゴキシン」約 0.25 mg を含む液となるように必要ならばメタノールを加え，試料溶液とする．なお，他成分の影響を受ける場合は固相抽出等を行う．別にジゴキシン標準品 0.5 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（3 → 100）1 容量にトリクロロ酢酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 4）4 容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱した後，紫外線（主波長 366 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

エンドトキシン〈*4.01*〉 200 EU/mg 未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.

無　菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品のジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）約 2.5 mg に対応する量を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に希エタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる.

次硝酸ビスマス
Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス（Bi：208.98）71.5 ～ 74.5 % を含む.

性　状　本品は白色の粉末である.

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが，泡立たない.

本品はわずかに吸湿性があり，潤した青色リトマス紙に接触するとき，これを赤変する.

確認試験　本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.7 g に水 2 mL 及び硝酸 2 mL を加えて溶かし，これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は硝酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）.

（2） 硫酸塩　本品 3.0 g を加温した硝酸 3.0 mL に溶かし，この液を水 100 mL 中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発して 30 mL とし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 5 mL に硝酸バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，混濁しない.

（3） アンモニウム　本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

（4） 銅　（2）の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ろ過した液は青色を呈しない.

（5） 鉛　本品 1.0 g に水酸化カリウム溶液（1 → 6）5 mL を加え，注意しながら 2 分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液 10 滴を加え，酢酸（100）を 1 滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない.

（6） 銀　（2）の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない.

（7） アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 2.0 g に薄めた酢酸（31）（1 → 2）40 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，水を加えて 40 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じた後，ろ過し，残留物を水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は 5.0 mg 以下である.

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.20 g に硫酸 2 mL を加え，白煙を発生するまで加熱し，注意して水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（10 ppm 以下）.

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（2 g，105 ℃，2 時間）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，薄めた硝酸（2 → 5）5 mL を加え，加温して溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 200 mL を加え，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が黄色に変わるときとする.

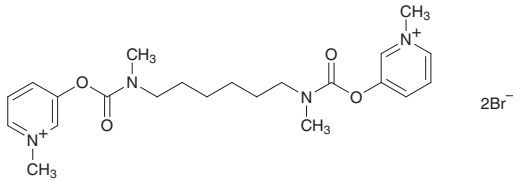
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 4.180 mg Bi

貯　法　容　　器　密閉容器.

ジスチグミン臭化物

Distigmine Bromide

臭化ジスチグミン



$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32

3,3′-[Hexamethylenebis(methyliminocarbonyloxy)]bis(1-methylpyridinium) dibromide ［*15876-67-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい.

本品の水溶液（1 → 100）の pH は 5.0 ～ 5.5 である.

本品はやや吸湿性である.

本品は光によって徐々に着色する.

融点：約 150 ℃（分解）.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 溶状　本品 0.25 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（4） 類縁物質　本品 40 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/エタノール(99.5)/酢酸（100）混液（8：3：2：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（8：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法，白金電極）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.82 mg $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　気密容器.

ジスチグミン臭化物錠

Distigmine Bromide Tablets

臭化ジスチグミン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32）を含む.

製　法　本品は「ジスチグミン臭化物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 268 ～ 272 nm に吸収の極大を示し，波長 239 ～ 243 nm に吸収の極小を示す.

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）約 15 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加えて 1 時間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用臭化ジスチグミン（別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 270 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 並びに 241 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する.

ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）の量（mg）

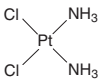
$= W_S \times \{(A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1})\} \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器.

シスプラチン

Cisplatin



$Cl_2H_6N_2Pt$：300.05

(*SP*-4-2)-Diamminedichloroplatinum ［*15663-27-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，シスプラチン（$Cl_2H_6N_2Pt$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）5 mL に塩化スズ（Ⅱ）二水和物溶液（1 → 100）2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品の塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（9 → 1000）溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシスプラチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 2000）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　アンミントリクロロ白金酸アンモニウム　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg を塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウムを 80 ℃ で 3 時間乾燥し，その 10 mg を塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）に溶かして正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）を加えて，正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：209 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に第四級アンモニウム基を導入した 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 800）

流量：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシスプラチン標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のシスプラチンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定する．

シスプラチン（$Cl_2H_6N_2Pt$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：シスプラチン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：310 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸エチル/メタノール/水/*N*,*N*-ジメチルホルムアミド混液（25：16：5：5）

流量：シスプラチンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

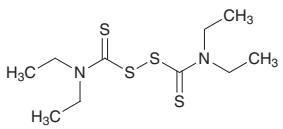
システムの性能：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

ジスルフィラム

Disulfiram



$C_{10}H_{20}N_2S_4$：296.54

Tetraethylthiuram disulfide ［*97-77-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジスルフィラム

($C_{10}H_{20}N_2S_4$) 99.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

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

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

融　点〈2.60〉　70 ～ 73 ℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（3）　ジエチルジチオカルバミン酸　本品 0.10 g をトルエン 10 mL に溶かし，薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 20）10 mL を加えて振り混ぜる．水層を分取し，トルエン 10 mL で洗った後，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 250）5 滴及びトルエン 2 mL を加えて，振り混ぜ，静置するとき，トルエン層は淡黄色を呈さない.

（4）　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 40 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジスルフィラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジスルフィラムのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（7：3）

流量：ジスルフィラムの保持時間が約 8 分になるように調整する.

カラムの選定：本品 50 mg 及びベンゾフェノン 50 mg をメタノール 40 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．この液 1 mL を量り，移動層を加えて 200 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾフェノン，ジスルフィラムの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる.

検出感度：標準溶液 10 μL から得たジスルフィラムのピーク高さが 15 ～ 30 mm になるように調整する.

面積測定範囲：ジスルフィラムの保持時間の約 3.5 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.20 % 以下（2 g，シリカゲル，24 時間）.

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（2 g）.

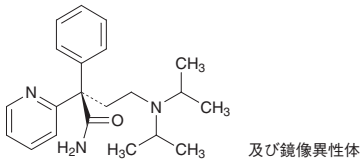
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，アセトン 20 mL に溶かし，次に水 1.5 mL 及びヨウ化カリウム 1.0 g を加え，よく振り混ぜて溶かす．これに塩酸 3.0 mL を加え，密栓して振り混ぜ，暗所に 3 分間放置した後，水 70 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 14.83 mg $C_{10}H_{20}N_2S_4$

貯　法　容　器　気密容器.

ジソピラミド

Disopyramide



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{29}N_3O$：339.47

(2*RS*)-4-Bis(1-methylethyl)amino-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)butanamide ［*3737-09-5*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジソピラミド（$C_{21}H_{29}N_3O$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，無水酢酸，酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい.

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 20）1 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 172 ～ 176 ℃ である.

（2）　本品の 0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（269 nm）：194 ～ 205（10 mg，0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液，500 mL）.

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL

に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール（95）10 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.40 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 400 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/アンモニア水（28）混液（45：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

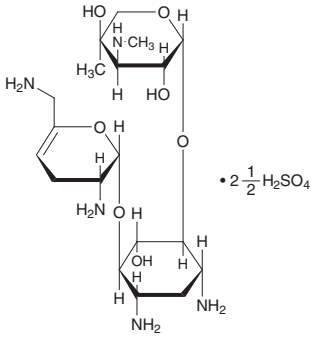
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.97 mg $C_{21}H_{29}N_3O$

貯 法 容 器　気密容器．

シソマイシン硫酸塩

Sisomicin Sulfate

硫酸シソマイシン



$C_{19}H_{37}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：692.72

3-Deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*glycero*-hex-4-enopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine hemipentasulfate ［*53179-09-2*］

本品は，*Micromonospora inyoensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 590 ～ 700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，シソマイシン（$C_{19}H_{37}N_5O_7$：447.53）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 50 mg を水 5 mL に溶かし，臭素試液 0.3 mL を加えるとき，液の色は直ちに消える．

（2） 本品及びシソマイシン硫酸塩標準品 15 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，約 100 ℃ で約 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋100 ～ ＋110°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品の換算した乾燥物 50 mg に対応する量をとり，水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL，1 mL 及び 1.5 mL ずつを正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，約 100 ℃ で約 5 分間加熱する．試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）より得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，R_f 値約 0.35 及び R_f 値約 0.30 のスポットはそれぞれ標準溶液（3）から得たスポットより濃くなく，R_f 値約 0.25 を示すガラミンのスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ類縁物質の総和は 6 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（0.15 g，減圧・0.67 kPa 以下，110 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）のiiを用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 シソマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確にとり，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 1 μg（力価）及び 0.25 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．この液適量を正確にとり，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 1 μg（力価）及び 0.25 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

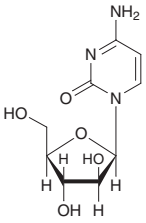
貯 法

保存条件 遮光して，空気を窒素又はアルゴンで置換して −20 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$：243.22

1-β-D-Arabinofuranosylcytosine

［*147-94-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，シタラビン（$C_9H_{13}N_3O_5$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

融点：約 214 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+154 ～ +160°（乾燥後，0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色透明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.009 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える．（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和 1-ブタノールを展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．また，この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

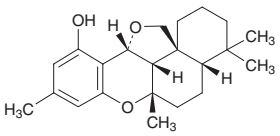
強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.16 mg $C_9H_{13}N_3O_5$

貯 法 容 器 気密容器．

シッカニン
Siccanin



$C_{22}H_{30}O_3$：342.47
(4a*S*, 6a*S*, 11b*R*, 13a*S*, 13b*S*)−4, 4, 6a, 9−Tetramethyl−1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 6a, 11b, 13b−decahydro−13*H*−benzo[*a*]furo[2, 3, 4−*mn*]xanthen−11−ol　[*22733−60−4*]

本品は，*Helminthosporium siccans* の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 980 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，シッカニン（$C_{22}H_{30}O_3$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシッカニン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−165 ～ −175°（0.1 g, エタノール（99.5），10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　138 ～ 142 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4−クロロベンゼンジアゾニウム塩試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，3 個以下で標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びシッカニン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シッカニン（$C_{22}H_{30}O_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：シッカニン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　1, 4−ジフェニルベンゼンのメタノール溶液（1 → 30000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/pH 5.9 のリン酸塩緩衝液混液（19：6）

流量：シッカニンの保持時間が約 17 分になるように調整する．

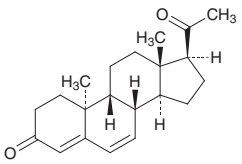
システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シッカニン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

ジドロゲステロン
Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45
9*β*, 10*α*−Pregna−4, 6−diene−3, 20−dione　[*152−62−5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 5 mL 及び硫酸 2 ～ 3 滴を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−470 ～ −500°（乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 167 ～ 171 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により，操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 10 mg を移動相 200 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジドロゲステロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジドロゲステロンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/エタノール（95）/アセトニトリル混液（53：26：21）

流量：ジドロゲステロンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びプロゲステロン 1 mg ずつを移動相 20 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジドロゲステロン，プロゲステロンの順に溶出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．ただし，測定波長は，265 nm とする．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たジドロゲステロンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドロゲステロンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて，正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 286 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）
$= (A / 845) \times 100000$

貯法　容器　気密容器．

ジドロゲステロン錠
Dydrogesterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$：312.45）を含む．

製　法　本品は「ジドロゲステロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ジドロゲステロン」0.05 g に対応する量をとり，メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ジドロゲステロン」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）のろ液 1 mL をとり，メタノールを加えて 200 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 284 ～ 288 nm に吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 296 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量（mg）
C：1 錠中のジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量（mg）

定量法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）約 10 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 286 nm における吸光

度 A_T 及び A_S を測定する．

ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量（mg）

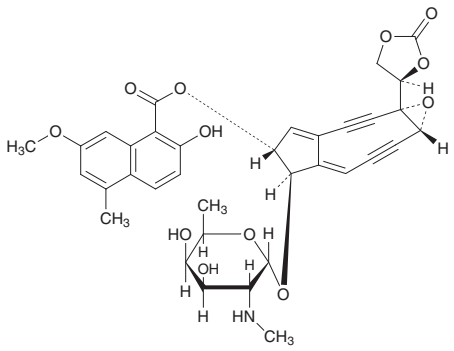
貯　法　容　　器　気密容器．

ジノスタチン　スチマラマー

Zinostatin Stimalamer

ジノスタチンスチマラマー

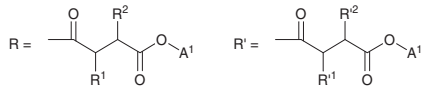
クロモフォア部分



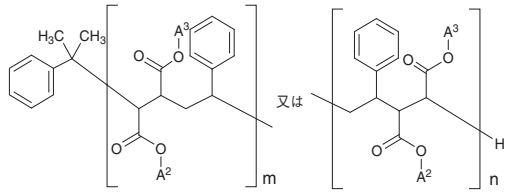
(4*S*,6*R*,11*R*,12*R*)−11−[α−D−2,6−Dideoxy−2−(methylamino)−galactopyranosyloxy]−4−[(4*R*)−2−oxo−1,3−dioxolan−4−yl]−5−oxatricyclo[8.3.0.$0^{4,6}$]trideca−1(13),9−diene−2,7−diyn−12−yl 2−hydroxy−7−methoxy−5−methylnaphthalene−1−carboxylate

スチレン−マレイン酸交互共重合体が結合したアポプロテイン部分

R-Ala-Ala-Pro-Thr-Ala-Thr-Val-Thr-Pro-Ser-Ser-Gly-Leu-Ser-Asp-Gly-Thr-Val-
R'
Val-Lys-Val-Ala-Gly-Ala-Gly-Leu-Gln-Ala-Gly-Thr-Ala-Tyr-Asp-Val-Gly-Gln-Cys-Ala-Trp-Val-Asp-Thr-Gly-Val-Leu-Ala-Cys-Asn-Pro-Ala-Asp-Phe-Ser-Ser-Val-Thr-Ala-Asp-Ala-Asp-Gly-Ser-Ala-Ser-Thr-Ser-Leu-Thr-Val-Arg-Arg-Ser-Phe-Glu-Gly-Phe-Leu-Phe-Asp-Gly-Thr-Arg-Trp-Gly-Thr-Val-Asp-Cys-Thr-Thr-Ala-Ala-Cys-Gln-Val-Gly-Leu-Ser-Asp-Ala-Ala-Gly-Asn-Gly-Pro-Glu-Gly-Val-Ala-Ile-Ser-Phe-Asn



R^1 及び R^2 は，互いに異なりそれぞれ



を表す．R'^1 及び R'^2 も同様である．

A^1 = H 又は NH_4

A^2, A^3 = H 又は NH_4 又は C_4H_9（A^2, A^3 が共に C_4H_9 を示すことはない）

m + n：平均約 5.5

[*123760−07−6*]

本品はクロモフォアとアポプロテイン（113 個のアミノ酸よりなるポリペプチド）よりなるジノスタチン 1 分子に，部分ブチルエステル化したスチレン−マレイン酸交互共重合体 2 分子を結合させて得られる平均分子量約 15,000 の物質である．交互共重合体はアポプロテインの N 末端のアラニンの α−アミノ基及び 20 位のリジンの ε−アミノ基とアミド結合している．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1080 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジノスタチンスチマラマーとしての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は微黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 10 mg を水酸化ナトリウム試液 1 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品 1 mg を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 1 mL に溶かし，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.5 mL を加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品及びジノスタチンスチマラマー標準品の pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとジノスタチンスチマラマー標準品のスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品及びジノスタチンスチマラマー標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとジノスタチンスチマラマー標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（268 nm）：15.5 ～ 18.5（脱水物に換算したもの 4 mg，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液，10 mL）．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−30.0 ～ −38.0°（脱水物に換算したもの 20 mg，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液，5 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 10 mg を水 1 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 40 mg を正確に量り，るつぼに入れ，第 2 法により炭化及び灰化した後，塩酸 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，その質量 W_T g を量る．次に，残留物を薄めた塩酸（1 → 5）0.1 mL で潤し，水 1 mL，薄めたアンモニア試液（1 → 2）85 μL 及び希酢酸 0.1 mL を加え，更に水を加えてその質量を W_T + 2.0 g とする．この液に薄めたアンモニア試液（1 → 20）又は薄めた塩酸（1 → 50）を加え，pH を 3.2 ～ 3.4 とした後，水を加えてその質量を W_T + 2.5 g とし，検液とする．別に，試料を用いないで検液の調製と同様に操作し，空試験液とする．また，硝酸 2 mL，硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL をとり，第 2 法により蒸発乾固する．冷後，その質量 W_S g を量る．次に，残留物を薄めた塩酸（1 → 5）0.1 mL で潤し，以下検液の調製と同様に操作し，pH を 3.2 ～ 3.4 とした後，鉛標準液 80 μL を加え，更に水を加えてその質量を W_S + 2.5 g とし，比較液とする．検液，空試験液及び比較液に，それぞれ薄めた硫化ナトリウム試液（1 → 6）10 μL を加

えて混和し，5 分間放置した後，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 400 nm における吸光度 A_T，A_0 及び A_S を測定するとき，$A_T - A_0$ は $A_S - A_0$ より大きくない（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　別に規定する．

（4） 工程由来の無機塩類　別に規定する．

水　分〈2.48〉 12.0 % 以下（10 mg，電量滴定法）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．ただし，(iii)，(iv) 及び (v) の操作は直接又は間接の日光を避けて行う．

(i) 試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる．

(ii) 培地　培地 (1) の 3) の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.9 ～ 8.1 とする．

(iii) 標準溶液　ジノスタチンスチマラマー標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，高濃度標準溶液とする．高濃度標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，高濃度試料溶液とする．高濃度試料溶液 5 mL を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，低濃度試料溶液とする．

(v) 操作法　培養前に，3 ～ 5 ℃ で 2 時間放置する．

貯　法

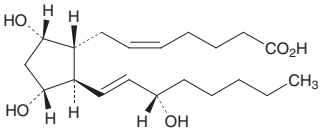
保存条件　遮光して，−20 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジノプロスト

Dinoprost

プロスタグランジン $F_{2\alpha}$



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

(5*Z*)−7−{(1*R*,2*R*,3*R*,5*S*)−3,5−Dihydroxy−2−[(1*E*,3*S*)−3−hydroxyoct−1−en−1−yl]cyclopentyl}hept−5−enoic acid

[*551−11−1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジノプロスト（$C_{20}H_{34}O_5$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色のろう状の塊又は粉末，若しくは無色～淡黄色澄明の粘稠性のある液で，においはない．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加え，5 分間振り混ぜて溶かすとき，液は暗赤色を呈する．この液に硫酸 30 mL を追加するとき，液はだいだい黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（2） 本品 1 mg を薄めた硫酸（7 → 10）50 mL に溶かし，50 ℃ の水浴中で 40 分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を 40 ℃ に加温して液状としたものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+24 ～ +31°（0.2 g，エタノール（99.5），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g をエタノール（99.5）5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かし，更に水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジノプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のジノプロストのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（5：2）

流量：ジノプロストの保持時間が約 20 分になるように調整する．

カラムの選定：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.01 g ずつをメタノール 2 mL に溶かし，更に水を加えて 10 mL とする．この液 1 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて 30 mL とした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度が 2.5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液から得たジノプロストのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 15 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジノプロストの保持時間の約 1.5 倍の範囲

水　分〈2.48〉 0.5 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

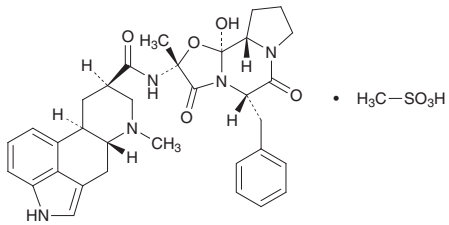
定 量 法　本品約 50 mg を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，窒素気流中で 0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1 mL = 7.090 mg $C_{20}H_{34}O_5$

貯　法
保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩

Dihydroergotamine Mesilate
メシル酸ジヒドロエルゴタミン



$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：679.78
(5′*S*, 10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methyl-9, 10-dihydroergotaman-3′, 6′, 18-trione monomethanesulfonate
［*6190-39-2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩（$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色又は灰白色～帯赤白色の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 214 ℃（分解）．

確認試験
（1）　本品 1 mg を L-酒石酸溶液（1 → 100）5 mL に溶かし，この液 1 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．
（2）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.4 g を加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，灰化する．冷後，残留物に水 10 mL を加え，沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に塩酸 0.5 mL を加えた液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．別に本品 0.1 g に希塩酸 5 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は澄明である．
（3）　本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：－16.7 ～ －22.7°〔乾燥物に換算したもの 0.5 g，エタノール（99.5）/クロロホルム/アンモニア水（28）混液（10：10：1），20 mL，100 mm〕．

pH〈*2.54*〉　本品 0.05 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.4 ～ 5.4 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 0.10 g をメタンスルホン酸溶液（7 → 100）0.1 mL 及び水 50 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液（1）又は（2）より濃くない．

比較液（1）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.6 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL をそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

比較液（2）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.6 mL，塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.25 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.1 mL をそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避けて，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確にとり，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．この液 10 mL を正確にとり，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を冷風で 1 分以内に乾燥する．直ちに，新たに調製したジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 再び展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，薄層板を温風で乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，6 時間）．

定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（10：1）170 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

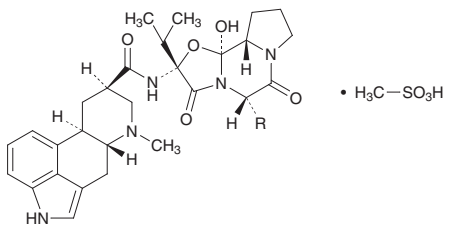
0.02 mol/L 過塩素酸1mL = 13.60 mg $C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

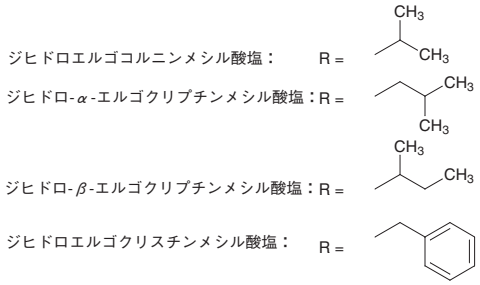
貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩

Dihydroergotoxine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴトキシン





ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩

$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：659.79

(5′*S*, 10*R*)−12′−Hydroxy−2′,5′−bis(1−methylethyl)−9,10−dihydroergotaman−3′,6′,18−trione monomethanesulfonate

ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*, 10*R*)−12′−Hydroxy−2′−(1−methylethyl)−5′−(2−methylpropyl)−9,10−dihydroergotaman−3′,6′,18−trione monomethanesulfonate

ジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*, 10*R*)−12′−Hydroxy−2′−(1−methylethyl)−5′−(1−methylpropyl)−9,10−dihydroergotaman−3′,6′,18−trione monomethanesulfonate

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩

$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：707.84

(5′*S*, 10*R*)−5′−Benzyl−12′−hydroxy−2′−(1−methylethyl)−9,10−dihydroergotaman−3′,6′,18−trione monomethanesulfonate

［*8067−24−1*，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩［ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩（$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$），ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$），ジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩（$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）の混合物］を 97.0 ～ 103.0 % 含み，ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩（$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$），ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩（$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）の相対含量はそれぞれ 30.3 ～ 36.3 % である．また，ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）とジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）の相対含量比は 1.5 ～ 2.5：1 である．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+11.0 ～ +15.0°（脱水物に換算したもの 0.2 g，希エタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液よりも濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL に硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 200 mL とする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.100 g を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）に溶かし，正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン 10 mg を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 6 mL，4 mL 及び 2 mL をそれぞれ正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて，それぞれ正確に 10 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．ただし，展開用容器にろ紙を入れない．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を冷風で乾燥し，直ちに新たに調製したジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：3：1）を展開溶媒とし再び約 15 cm 展開した後，薄層板を 1 分以内に冷風で乾燥させる．これに 4−ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液を均等に噴霧し，冷風で 2 分以内に乾燥し，次に 40 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下で，かつ標準溶液（3）から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法

（1）ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩　本品及びジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品約 30 mg ずつを精密に

量り，それぞれを水/アセトニトリル混液（3：1）に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水/アセトニトリル混液（3：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ−α−エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比を求め，次式によりジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩 の量を求める．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩 の量（mg）
$= W_S \times \{(M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD}) / (M_{SA} + M_{SB} + M_{SC} + M_{SD})\}$

W_S：脱水物に換算したジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品の秤取量（mg）
M_{TA}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80
M_{TB}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ−α−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
M_{TC}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85
M_{TD}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
M_{SA}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80
M_{SB}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ−α−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
M_{SC}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85
M_{SD}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

内標準溶液　クロラムフェニコール 0.04 g を水/アセトニトリル混液（3：1）に溶かし，250 mL とする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液（30：10：1）
流量：クロラムフェニコールの保持時間が約 5 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ−α−エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン，ジヒドロ−β−エルゴクリプチンの順に溶出し，ジヒドロ−α−エルゴクリプチンとジヒドロエルゴクリスチンの分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ−α−エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 0.5 % 以下である．

（2）　ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量　定量法（1）の試料溶液のクロマトグラムよりジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩（ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩とジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩）及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量を以下の式に従い求める．

ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩の相対含量（%）
$= \{M_{TA} / (M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD})\} \times 100$

ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩の相対含量（%）
$= \{(M_{TB} + M_{TD}) / (M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD})\} \times 100$

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量（%）
$= \{M_{TC} / (M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD})\} \times 100$

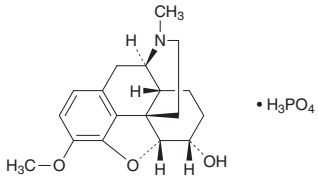
（3）　ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比　定量法（1）の試料溶液のクロマトグラムより以下の式に従い求める．

ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩の
ジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比
$= M_{TB} / M_{TD}$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩

Dihydrocodeine Phosphate
リン酸ジヒドロコデイン
リン酸ヒドロコデイン



$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38
(5*R*,6*S*)−4,5−Epoxy−3−methoxy−17−methylmorphinan−6−ol monophosphate ［*24204−13−5*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）98.0 % 以上を含む．
性　状　本品は白色〜帯黄白色の結晶性の粉末である．
本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品の 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 〜

5.0 である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 20）はリン酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，4 時間）．

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.94 mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散 1%

1% Dihydrocodeine Phosphate Powder

リン酸ジヒドロコデイン散 1%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製 法

ジヒドロコデインリン酸塩	10 g
乳糖水和物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 281 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

定量法 本品約 5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン（別途 105 ℃，4 時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散 10%

10%　Dihydrocodeine Phosphate Powder

リン酸ジヒドロコデイン散 10%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製　法

ジヒドロコデインリン酸塩	100 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 281 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本品約 2.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン（別途 105 ℃，4 時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5$

W_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

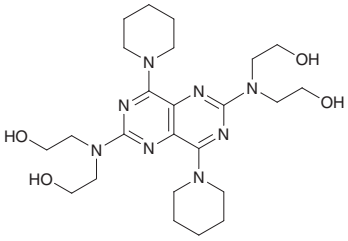
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

ジピリダモール

Dipyridamole



$C_{24}H_{40}N_8O_4$：504.63

2,2′,2″,2‴-{[4,8-Di(piperidin-1-yl)pyrimido[5,4-*d*]pyrimidine-2,6-diyl]dinitrilo}tetraethanol　[*58-32-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジピリダモール（$C_{24}H_{40}N_8O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5 mg を硫酸 2 mL に溶かし，硝酸 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール/塩酸混液（99：1）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　165 ～ 169 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジピリダモール以外のピークの合計面積は，標準溶液のジピリダモールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム 0.2 g を水 200 mL に溶かし，メタノール 800 mL を加える．
流量：ジピリダモールの保持時間が約 4 分になるように調整する．
面積測定範囲：ジピリダモールの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たジピリダモールのピーク面積が，標準溶液のジピリダモールのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．
システムの性能：本品 7 mg 及びテルフェニル 3 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジピリダモール，テルフェニルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジピリダモールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.2 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

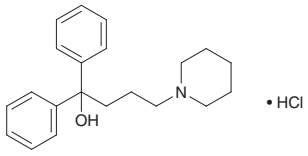
定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，メタノール 70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.46 mg $C_{24}H_{40}N_8O_4$

貯法
保存条件 遮光して保存する．
容器 密閉容器．

ジフェニドール塩酸塩

Difenidol Hydrochloride
塩酸ジフェニドール



$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$：345.91
1,1-Diphenyl-4-piperidin-1-ylbutan-1-ol monohydrochloride
［*3254-89-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェニドール塩酸塩（$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．
本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
融点：約 217 ℃（分解）．

確認試験
（1） 本品 0.01 g を硫酸 1 mL に溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．この液に注意して水 3 滴を加えるとき，液は帯黄褐色となり，更に水 10 mL を加えるとき，無色となる．
（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．
（3） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，クロロホルム 15 mL ずつで 2 回抽出する．抽出液を合わせ，水 10 mL ずつで 3 回洗った後，水浴上でクロロホルムを蒸発し，残留物をデシケーター（減圧，シリカゲル，55 ℃）で 5 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 103 ～ 106 ℃ である．
（4） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.7 ～ 6.5 である．

純度試験
（1） 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．
（4） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール/酢酸（100）混液（10：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，5 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

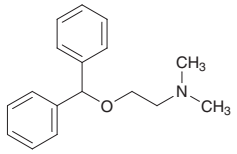
定量法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，無水酢酸 30 mL を加え，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.30 mg $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$

貯法 **容器** 密閉容器．

ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine



$C_{17}H_{21}NO$：255.35

2−(Diphenylmethoxy)−*N*,*N*−dimethylethylamine ［*58−73−1*］

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン（$C_{17}H_{21}NO$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は初め舌をやくようであり，後にわずかに舌を麻ひする．

本品は無水酢酸，酢酸（100），エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

沸点：約 162 ℃（減圧・0.67 kPa）．

屈折率　n_D^{20}：約 1.55

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品 0.05 g に硫酸 2 mL を加えるとき，直ちにだいだい赤色の沈殿を生じ，放置するとき，赤褐色に変わる．これに注意して水 2 mL を加えるとき，色の濃さは変わるが，色調は変化しない．

（2）　本品 0.1 g を希エタノール 10 mL に溶かし，2,4,6−トリニトロフェノールの飽和希エタノール溶液の過量をかき混ぜながら加え，氷冷する．析出した結晶をろ取し，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 128 ～ 133 ℃ である．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.013 ～ 1.020

純度試験

（1）　*β*−ジメチルアミノエタノール　本品 1.0 g をジエチルエーテル 20 mL に溶かし，水 10 mL ずつとよく振り混ぜて 2 回抽出する．水抽出液を合わせ，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 1.0 mL を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　ベンズヒドロール　本品 1.0 g を分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル 20 mL に溶かし，薄めた塩酸（1 → 15）25 mL ずつでよく振り混ぜて 2 回抽出する．ジエチルエーテル層を分取し，水浴上で徐々に蒸発し，残留物をデシケーター（シリカゲル）で 2 時間減圧乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

貯　法

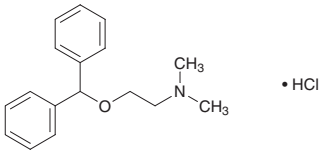
保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．

容　　器　気密容器．

ジフェンヒドラミン塩酸塩

Diphenhydramine Hydrochloride

塩酸ジフェンヒドラミン



$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$：291.82

2−(Diphenylmethoxy)−*N*,*N*−dimethylethylamine monohydrochloride ［*147−24−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦く，舌を麻ひする．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉　166 ～ 170 ℃

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水

(28) 混液 (10：4：2：1) の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下 (2 g，105 ℃，3 時間)．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7：3) 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.18 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散

Diphenhydramine and Bromovalerylurea Powder
ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散

製 法

タンニン酸ジフェンヒドラミン	90 g
ブロモバレリル尿素	500 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品はわずかに灰色を帯びた白色である．

確認試験

(1) 本品 0.1 g に希塩酸 5 mL，エタノール (95) 1 mL 及び水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて抽出し，クロロホルム層を分取し，ブロモフェノールブルー試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する (タンニン酸ジフェンヒドラミン)．

(2) 本品 0.02 g にジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸留しジエチルエーテルを留去し，残留物を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 5 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱するとき，液は赤色を呈する (ブロモバレリル尿素)．

(3) 本品 0.3 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にブロムワレリル尿素 0.15 g 及びタンニン酸ジフェンヒドラミン 0.03 g をそれぞれメタノール 5 mL に溶かし，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う．試料溶液，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (50：5：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液 (2) から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

貯 法 容 器 密閉容器．

ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント

Diphenhydramine, Phenol and Zinc Oxide Liniment

製 法

ジフェンヒドラミン	20 g
フェノール・亜鉛華リニメント	980 g
全 量	1000 g

以上をとり，混和して製する．

性 状 本品は白色～類白色ののり状でわずかにフェノールのにおいがある．

確認試験

(1) 本品は 3 g にヘキサン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，ヘキサン層を分取し，0.2 mol/L 塩酸 10 mL を加えてよく振り混ぜる．水層を分取し，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 4.6 に調整し，ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 1 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する (ジフェンヒドラミン)．

(2) 本品 1 g を磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．更に残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄 (Ⅱ) 酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる (酸化亜鉛)．

(3) 本品 0.5 g に，水 1 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にジフェンヒドラミン及びフェノール 0.01 g ずつをそれぞれクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う．試料溶液，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (50：5：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，ヨウ素を揮散させた薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液 (1) から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

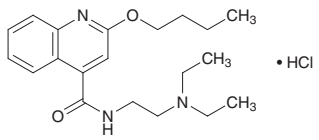
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容　　器　気密容器.

ジブカイン塩酸塩

Dibucaine Hydrochloride
塩酸ジブカイン
塩酸シンコカイン



$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl：379.92
2-Butyloxy-*N*-(2-diethylaminoethyl)-4-quinolinccarboxamide monohydrochloride ［*61-12-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジブカイン塩酸塩（$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl）98.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，無水酢酸に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

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

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である.

融　点〈*2.60*〉　95 ～ 100 ℃　本品を融点測定用毛細管に入れ，酸化リン（V）を乾燥剤とし，80 ℃ で 5 時間減圧乾燥し，直ちに融封して測定する.

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 430 nm における吸光度は 0.03 以下である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.30 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.056 % 以下）.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，5 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.00 mg $C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器.

乾燥ジフテリアウマ抗毒素

Freeze-dried Diphtheria Antitoxin, Equine
乾燥ジフテリア抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品はウマ免疫グロブリン中のジフテリア抗毒素を含む.

本品は生物学的製剤基準の乾燥ジフテリアウマ抗毒素の条に適合する.

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる.

ジフテリアトキソイド

Diphtheria Toxoid

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含む液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準のジフテリアトキソイドの条に適合する.

性　状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である.

成人用沈降ジフテリアトキソイド

Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含み，それ以外の抗原性物質の含量の少ない液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準の成人用沈降ジフテリアトキソイドの条に適合する.

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフテリア破傷風混合トキソイド
Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性　状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

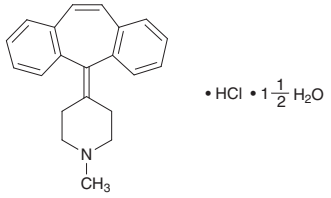
沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド
Adsorbed Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降ジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

シプロヘプタジン塩酸塩水和物
Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate
塩酸シプロヘプタジン
シプロヘプタジン塩酸塩



$C_{21}H_{21}N \cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2} H_2O$：350.88
4-(5*H*-Dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-1-methylpiperidine monohydrochloride sesquihydrate
[*41354-29-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シプロヘプタジン塩酸塩（$C_{21}H_{21}N \cdot HCl$：323.86）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かし，この液 1 滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，うすい青色の蛍光を発する．

（2）　本品 0.1 g を分液漏斗に入れ，クロロホルム 5 mL に溶かし，水 4 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜる．クロロホルム層を別の分液漏斗にとり，水 4 mL を加え，振り混ぜて洗う．クロロホルム層をあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物に希エタノール 8 mL を加え，65 ℃ に加温して溶かした後，冷却しながらガラス棒で内壁をこすり，結晶が析出し始めてから 30 分間放置する．結晶をろ取し，80 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 111 ～ 115 ℃ である．

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

（4）　本品の飽和水溶液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 2.0 g をメタノール 25 mL に溶かし，メチルレッド試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 ～ 9.0 %（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL を加え，50 ℃ に加温して溶かす．冷後，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

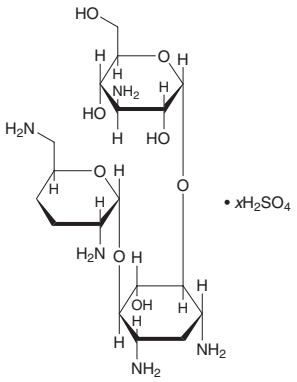
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.39 mg $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$

貯 法 容 器　密閉容器．

ジベカシン硫酸塩

Dibekacin Sulfate

硫酸ジベカシン



$C_{18}H_{37}N_5O_8 \cdot xH_2SO_4$

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate ［*58580-55-5*］

本品は，ベカナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 640 ～ 740 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジベカシン（$C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びジベカシン硫酸塩標準品 20 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/メタノール混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 50）5 mL に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+96 ～ +106°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

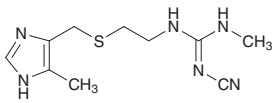
（iii）　標準溶液　ジベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　器　気密容器．

シメチジン

Cimetidine



$C_{10}H_{16}N_6S$：252.34

2-Cyano-1-methyl-3-{2-[(5-methyl-1*H*-imidazol-4-yl)methylsulfanyl]ethyl}guanidine ［*51481-61-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，シメチジン（$C_{10}H_{16}N_6S$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100）0.1 mL にクエン酸・無水酢酸試液 5 mL を加え，水浴中で 15 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

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

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g に新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過した液の pH は 9.0 ～ 10.5 である．

融　点〈*2.60*〉　140 ～ 144 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすと

き，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（21：2：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これをヨウ素蒸気中に 45 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.24 g を精密に量り，酢酸（100）75 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.23 mg $C_{10}H_{16}N_6S$

貯 法

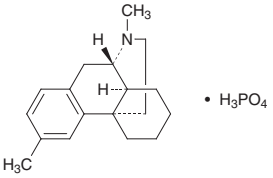
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ジメモルファンリン酸塩

Dimemorfan Phosphate

リン酸ジメモルファン



$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$：353.39

(9*S*,13*S*,14*S*)-3,17-Dimethylmorphinan monophosphate

［*36304-84-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジメモルファンリン酸塩（$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 265 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 100）2 mL に硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+25 ～ +27°（乾燥後，1 g，メタノール，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を用いる（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）混液（150：150：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

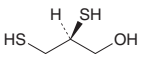
乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.34 mg $C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ジメルカプロール
Dimercaprol


及び鏡像異性体

$C_3H_8OS_2$：124.23
(2*RS*)−2,3−Disulfanylpropan−1−ol　[*59−52−9*]

本品は定量するとき，ジメルカプロール（$C_3H_8OS_2$）98.5 ～ 101.5 % を含む．

性　状　本品は無色～微黄色の液で，メルカプタンようの不快なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）と混和する．

本品はラッカセイ油にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品 1 滴を塩化コバルト（Ⅱ）六水和物溶液（1 → 200）1 滴及び水 5 mL の混液に加えるとき，液は黄褐色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.570 ～ 1.575

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.238 ～ 1.248

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 mL をラッカセイ油 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　臭化物　本品 2.0 g に希水酸化カリウム・エタノール試液 25 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 2 時間加熱した後，加温空気を送りながらエタノールを蒸発し，水 20 mL を加えて冷却する．これに過酸化水素（30）10 mL と水 40 mL の混液を加え，還流冷却器を付けて 10 分間穏やかに煮沸し，冷後，速やかにろ過する．残留物を水 10 mL で 2 回洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸 10 mL 及び 0.1 mol/L 硝酸銀液 5 mL を正確に加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．0.1 mol/L 硝酸銀液の消費量は 1.0 mL 以下である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.15 g を共栓フラスコに精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，直ちに 0.05 mol/L ヨウ素液で，液が微黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 6.211 mg $C_3H_8OS_2$

貯　法

保存条件　5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジメルカプロール注射液
Dimercaprol Injection

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するジメルカプロール（$C_3H_8OS_2$：124.23）を含む．

製　法　本品は「ジメルカプロール」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「安息香酸ベンジル」又は「ベンジルアルコール」を加えることができる．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，不快なにおいがある．

確認試験　本品の表示量に従い「ジメルカプロール」30 mg に対応する容量をとり，「ジメルカプロール」の確認試験（1）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のジメルカプロール（$C_3H_8OS_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，フラスコに入れ，ピペットはメタノール/ジエチルエーテル混液（3：1）で数回洗い込み，更にメタノール/ジエチルエーテル混液（3：1）を加えて 50 mL とし，0.05 mol/L ヨウ素液で持続する黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

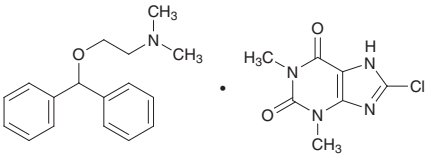
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 6.211 mg $C_3H_8OS_2$

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

ジメンヒドリナート
Dimenhydrinate



$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96
2−(Diphenylmethoxy)−*N*,*N*−dimethylethylamine ― 8−chloro−1,3−dimethyl−1*H*−purine−2,6(3*H*,7*H*)−dione (1/1)
[*523−87−5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン（$C_{17}H_{21}NO$：255.35）53.0 ～ 55.5 % 及び 8−クロロテオフィリン（$C_7H_7ClN_4O_2$：214.61）44.0 ～ 47.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を希エタノール 30 mL に溶かし，水 30

mL を加え，試料溶液とする．試料溶液 30 mL を分液漏斗に入れ，アンモニア水（28）2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 5 mL で洗った後ジエチルエーテル液を薄めた塩酸（1 → 100）15 mL で抽出する．水層を分取して検液とし，次の試験を行う．

（ⅰ） 検液 5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（ⅱ） 検液 10 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，30 分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 128 ～ 133 ℃ である．

（2）（1）の試料溶液 30 mL に希硫酸 2 mL を加え，30 分間冷却した後，器壁をしばしばこするとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷水少量で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 300 ～ 305 ℃（分解）である．

（3）（2）で得た沈殿 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える．

（4）（2）で得た沈殿 0.05 g をニッケルるつぼにとり，過酸化ナトリウム 0.5 g を加えてよく混ぜ，加熱して融解する．冷後，融解物を水 20 mL に溶かし，希硝酸を加えて酸性とするとき，液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉 102 ～ 107 ℃

純度試験

（1） 塩化物　定量法（2）で得たろ液 50 mL をネスラー管にとり，硝酸 1 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて 5 分間放置する（0.044 % 以下）．

（2） 臭化物又はヨウ化物　本品 0.10 g を共栓試験管にとり，亜硝酸ナトリウム 0.05 g，クロロホルム 10 mL 及び希塩酸 10 mL を加え，密栓してよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（3 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） ジフェンヒドラミン　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，250 mL の分液漏斗に入れ，水 50 mL，アンモニア試液 3 mL 及び塩化ナトリウム 10 g を加え，ジエチルエーテル 15 mL ずつで 6 回振り混ぜて抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 50 mL ずつで 3 回洗い，ジエチルエーテル液に 0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に加え，更に水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテルを徐々に蒸発し，冷後，過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

（2） 8-クロロテオフィリン　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，200 mL のメスフラスコに入れ，水 50 mL，アンモニア試液 3 mL 及び硝酸アンモニウム溶液（1 → 10）6 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で 15 分間加熱する．冷後，水を加えて正確に 200 mL とし，沈殿が沈着するまで一夜放置し，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 100 mL を正確に量り，硝酸を滴加して酸性とし，更に硝酸 3 mL を追加し，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 21.46 mg $C_7H_7ClN_4O_2$

貯　法　容　器　密閉容器．

ジメンヒドリナート錠
Dimenhydrinate Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジメンヒドリナート（$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96）を含む．

製　法　本品は「ジメンヒドリナート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ジメンヒドリナート」0.5 g に対応する量をとり，温エタノール（95）25 mL を加え，すり混ぜてろ過する．ろ液に水 40 mL を加えて再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 30 mL を分液漏斗に入れ，以下「ジメンヒドリナート」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の試料溶液 30 mL につき，「ジメンヒドリナート」の確認試験（2），（3）及び（4）を準用する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジメンヒドリナート（$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，フラスコに入れ，エタノール（95）40 mL を加え，水浴上で振り動かしながら沸騰するまで加熱する．30 秒間加熱を続けた後，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，温エタノール（95）でよく洗い，ろ液及び洗液をフラスコに入れ，水浴上で加熱し，エタノールを蒸発して 5 mL とする．次に水 50 mL，アンモニア試液 3 mL 及び硝酸アンモニウム溶液（1 → 10）6 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で 15 分間加熱する．これを 200 mL のメスフラスコに水で洗い込み，冷後，水を加えて 200 mL とし，以下「ジメンヒドリナート」の定量法（2）を準用する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL
= 47.00 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$

貯　法　容　器　密閉容器．

次没食子酸ビスマス

Bismuth Subgallate

デルマトール

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス（Bi：208.98）47.0 ～ 51.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸，希硝酸又は希硫酸に温時溶け，また本品は水酸化ナトリウム試液に溶けて黄色澄明の液となり，その色は速やかに赤色に変わる．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を強熱するとき，炭化して最後に黄色の物質を残す．この残留物はビスマス塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.5 g に水 25 mL 及び硫化水素試液 20 mL を加え，よく振り混ぜ，生じた黒褐色の沈殿をろ過して除き，ろ液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青黒色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 8）40 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　硫酸塩　本品 3.0 g をるつぼにとり，強熱して得た残留物を注意しながら硝酸 2.5 mL に加温して溶かし，これを水 100 mL 中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液 50 mL を水浴上で蒸発して 15 mL とし，水を加えて 20 mL とし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 5 mL に硝酸バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（3）　硝酸塩　本品 0.5 g に希硫酸 5 mL 及び硫酸鉄（Ⅱ）試液 25 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液 5 mL を硫酸上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈しない．

（4）　アンモニウム　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　銅　（2）の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，ろ過した液は青色を呈しない．

（6）　鉛　本品 1.0 g をるつぼにとり，約 500 ℃ で強熱し，残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし，小火炎を用いて蒸発乾固し，冷後，残留物に水酸化カリウム溶液（1 → 6）5 mL を加え，注意しながら 2 分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液 10 滴を加え，酢酸（100）を 1 滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない．

（7）　銀　（2）の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（8）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 1.0 g に薄めた酢酸（31）（1 → 2）40 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，水を加えて 40 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じ，生じた沈殿をろ過し，水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は 5.0 mg 以下である．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.20 g を水酸化カルシウム 0.20 g とよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（10 ppm 以下）．

（10）　没食子酸　本品 1.0 g にエタノール（95）20 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は 5.0 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，約 500 ℃ で 30 分間加熱し，冷後，残留物に薄めた硝酸（2 → 5）5 mL を加え，加温して溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 30 mL を正確に量り，水 200 mL を加え，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 2 ～ 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 4.180 mg Bi

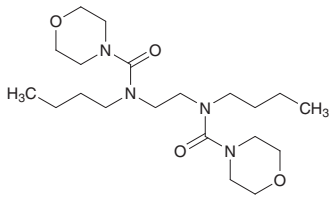
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ジモルホラミン

Dimorpholamine



$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54

N,*N*′-Ethylenebis(*N*-butylmorpholine-4-carboxamide)

［*119-48-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末，塊又は粘性の液である．

本品はエタノール（99.5）又は無水酢酸に極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液は，無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 （1）の液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）の液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.096 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/水混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），8 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.85 mg $C_{20}H_{38}N_4O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジモルホラミン注射液
Dimorpholamine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54）を含む．

製 法 本品は「ジモルホラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 5.5

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ジモルホラミン」0.1 g に対応する容量をとり，ドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「ジモルホラミン」50 mg に対応する容量をとり，希塩酸 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を塩酸 2 mL に溶かし，還流冷却器を付け，10 分間煮沸し，更に水浴上で蒸発乾固する．残留物を水 1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，アセトアルデヒド溶液（1 → 20）0.2 mL，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 0.1 mL 及び炭酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

エンドトキシン〈*4.01*〉 5.0 EU/mg 未満．ただし，エンドトキシン試験用水を用いて 0.15 w/v% に希釈して試験を行う．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無 菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）約 30 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜ，試料溶液とする．別に定量用ジモルホラミンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 8 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用ジモルホラミンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 25000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：216 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：ジモルホラミンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジモルホラミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

臭化カリウム
Potassium Bromide

KBr：119.00

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化カリウム（KBr）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶，粒又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はグリセリンに溶けやすく，熱エタノール（95）にやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 3 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸 0.10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3）　塩化物　定量法において，本品 1 g に対応する 0.1 mol/L 硝酸銀液の量は 84.5 mL 以下である．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5）　ヨウ化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6）　臭素酸塩　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えて溶かし，ヨウ化カリウム試液 0.1 mL，デンプン試液 1 mL 及び希硫酸 3 滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 0.5 mL 及び硫酸カリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，混濁しない．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，希硝酸 10 mL を加え，更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加えた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 11.90 mg KBr

貯 法 容 器　気密容器．

臭化ナトリウム
Sodium Bromide

NaBr：102.89

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化ナトリウム（NaBr）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．

本品は吸湿性であるが，潮解しない．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 3 mL に溶かすとき，液は．無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，0.005 mol/L 硫酸 0.10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3）　塩化物　定量法において，本品 1 g に対応する 0.1 mol/L 硝酸銀液の量は 97.9 mL 以下である．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5）　ヨウ化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6）　臭素酸塩　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，ヨウ化カリウム試液 2 滴，デンプン試液 1 mL 及び希硫酸 3 滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 0.5 mL 及び硫酸カリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

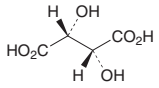
乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，希硝酸 10 mL を加え，更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加えた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 10.29 mg NaBr

貯 法 容 器　気密容器．

酒石酸
Tartaric Acid



$C_4H_6O_6$：150.09
(2*R*,3*R*)−2,3−Dihydroxybutanedioic acid ［*87−69−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，酒石酸（$C_4H_6O_6$）99.7 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 10）は右旋性である．

確認試験

（1）　本品は徐々に加熱するとき，分解し，砂糖を焼くようなにおいを発する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）は青色リトマス紙を赤変し，酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2）　シュウ酸塩　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，塩化カルシウム試液 2 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　カルシウム　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて中性とし，シュウ酸アンモニウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（3 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，水 40 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 75.04 mg $C_4H_6O_6$

貯　法　容　器　密閉容器．

硝酸銀
Silver Nitrate

$AgNO_3$：169.87

本品を乾燥したものは定量するとき，硝酸銀（$AgNO_3$）99.8 % 以上を含む．

性　状　本品は光沢のある無色又は白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に灰色～灰黒色になる．

確認試験　本品の水溶液（1 → 50）は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　ビスマス，銅及び鉛　本品の水溶液（1 → 10）5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（2 g，シリカゲル，遮光，4 時間）．

定 量 法　本品を粉末とした後，乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加え，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 16.99 mg $AgNO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

硝酸銀点眼液
Silver Nitrate Ophthalmic Solution

本品は水性の点眼液である．

本品は定量するとき，硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）0.95 ～ 1.05 w/v% を含む．

製　法

硝酸銀	10 g
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 20 mL を正確に量り，水 30 mL 及び硝酸 2 mL を加え，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 16.99 mg $AgNO_3$

貯　法

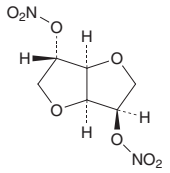
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

硝酸イソソルビド

Isosorbide Dinitrate

イソソルビド硝酸エステル



$C_6H_8N_2O_8$：236.14

1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol dinitrate ［87-33-2］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに硝酸ようのにおいがある．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンに極めて溶けやすく，クロロホルム又はトルエンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は急速に熱するか又は衝撃を与えると爆発する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g に水 1 mL を加え，注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 mL を層積して 5 ～ 10 分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

（2）　本品 0.1 g に薄めた硫酸（1 → 2）6 mL を加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液（1 → 30）1 mL を加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 10 mL を加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+134 ～ +139°（脱水物に換算したもの 1 g，エタノール（95），100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.5 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 15 mL に溶かし，水 60 mL を加え，冷後，ろ過する．ろ紙は水 20 mL ずつで 3 回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて 150 mL とする．この液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3）　硝酸塩　本品 0.05 g をトルエン 30 mL に溶かし，水 20 mL ずつで 3 回抽出する．水層を合わせ，トルエン 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．硝酸標準液 5.0 mL 及び試料溶液 25 mL をそれぞれ別のネスラー管にとり，水を加えてそれぞれ 50 mL とし，グリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ，30 分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉のケルダールフラスコに入れ，メタノール 10 mL に溶かし，デバルダ合金 3 g 及び水 50 mL を加え，窒素定量法〈*1.08*〉の蒸留装置に連結する．受器には 0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に量り，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 5 滴を加え，冷却器の下端を浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液（1 → 2）15 mL を加え，注意して水 20 mL で洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，徐々に水蒸気を通じて留液約 100 mL を得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 11.81 mg $C_6H_8N_2O_8$

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

硝酸イソソルビド錠

Isosorbide Dinitrate Tablets

イソソルビド硝酸エステル錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応する硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$：236.14）を含む．

製　法　本品は「硝酸イソソルビド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.1 g に対応する量をとり，ジエチルエーテル 50 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，ジエチルエーテルを注意して蒸発し，残留物に水 1 mL を加え，注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 mL を層積して 5 ～ 10 分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

純度試験　硝酸塩　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.05 g に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，トルエン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後，水 20 mL ずつで 3 回抽出し，以下「硝酸イソソルビド」の純度試験（3）を準用する．

崩 壊 性〈*6.09*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，舌下投与を行う製剤にあっては，試験時間は 2 分間とし，補助盤は用いない．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，酢酸（100）50 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝

酸カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液 2.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，15 分間放置した後，水 10 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）約 12 mL を加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，酢酸（100）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 412 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

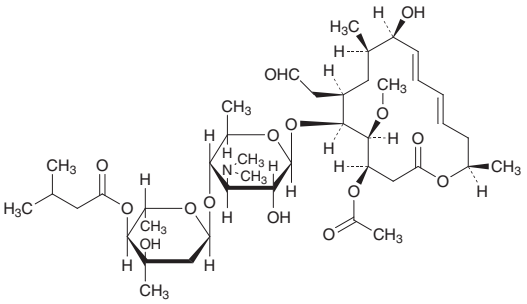
硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20) \times 1.1678$

W_S：硝酸カリウムの秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

ジョサマイシン

Josamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide ［*16846-24-5*］

本品は，*Streptomyces narboensis var. josamyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 ～ 1100 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン（$C_{42}H_{69}NO_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシン標準品 5 mg ずつをメタノール 1 mL に溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液のジョサマイシンの保持時間は等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験（2）の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 5 mL に溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシン以外のピークの量を求めるとき，それぞれ 6 % 以下であり，ジョサマイシン以外のピークの合計面積は 20 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：231 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 5 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム一水和物 119 g を水に溶かし，1000 mL とし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 2.5 に調整する．この液 600 mL にアセトニトリル 400 mL を加える．

流量：ジョサマイシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 3 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たジョサマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジョサマイシンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.05 g を pH 2.0 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に溶かした後，40 ℃ で 3 時間放置する．この液に 2 mol/L の水酸化ナトリウム試液を加えて，pH を 6.8 ～ 7.2 とした後，メタノール 50 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシンのピークに対する相対保持時間約 0.9 に溶出するジョ

サマイシン S_1 との分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジョサマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌 ***Bacillus subtilis*** ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の ii を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.9 ～ 8.1 とする．

（iii）　標準溶液　ジョサマイシン標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

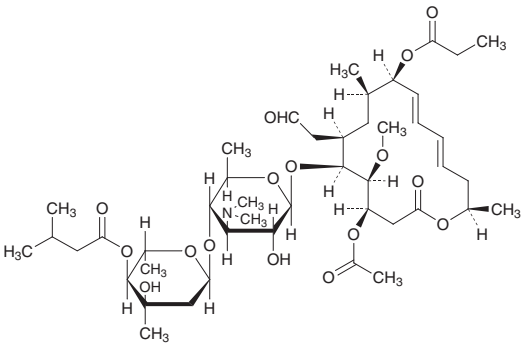
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジョサマイシンプロピオン酸エステル

Josamycin Propionate

プロピオン酸ジョサマイシン



$C_{45}H_{73}NO_{16}$：884.06

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)−3−Acetoxy−5−[2, 6−dideoxy−4−*O*−(3−methylbutanoyl)−3−*C*−methyl−α−L−*ribo*−hexopyranosyl−(1→4)−3, 6−dideoxy−3−dimethylamino−β−D−glucopyranosyloxy]−6−formylmethyl−4−methoxy−8−methyl−9−propanonyloxyhexadeca−10, 12−dien−15−olide

[*16846−24−5*，ジョサマイシン]

本品は，ジョサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 843 ～ 1000 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン（$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品 5 mg ずつを，それぞれ薄めたアセトニトリル（1 → 2）50 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間は標準溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験（2）の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ 6 % 以下であり，ジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの合計面積は 22 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：234 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：トリエチルアミン 10 mL に水を加えて 1000 mL とし，酢酸（100）を加えて pH 4.3 に調整する．この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える．

流量：ジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間が約 24 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間の約 3.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶

液とする．システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：プロピオン酸ジョサマイシン 5 mg 及びジョサマイシン 2 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシン，ジョサマイシンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は 25 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の ii を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.9 ～ 8.1 とする．

（iii） 標準溶液 ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

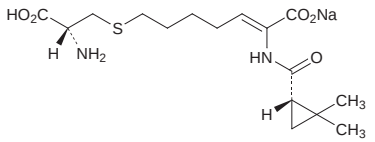
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

シラスタチンナトリウム

Cilastatin Sodium



$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43

Monosodium (2*Z*)-7-{[(2*R*)-2-amino-2-carboxyethyl]sulfanyl}-2-({[(1*S*)-2,2-dimethylcyclopropyl]carbonyl}amino)hept-2-enoate

[*81129-83-1*]

本品は定量するとき，換算した脱残留溶媒及び脱水物に対し，シラスタチンナトリウム（$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は，吸湿性である．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+ 41.5 ～ + 44.5°（脱残留溶媒及び脱水物換算したもの 0.1 g，塩酸のメタノール溶液（9 → 1000），10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.6 mL の混液に水を加えて 10 mL とした液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，炭化後加える硫酸の量は 0.5 mL とし，硝酸は加えない．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色になるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液と同様に操作する（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品約 40 mg を水 25 mL に溶かし，試

料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシラスタチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 1/6 より大きくない．また，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.5 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（7：3）

移動相 B：薄めたリン酸（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	15 → 100	85 → 0
30 ～ 40	100	0

流量：毎分 2.0 mL

面積測定範囲：40 分

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 30 mL とする．この液 20 μL から得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 2.3 ～ 4.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約 20 分である．また，シラスタチンの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，2.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 残留溶媒〈2.46〉 本品約 0.2 g を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．別にアセトン 2 mL，メタノール 0.5 mL 及び酸化メシチル 0.5 mL をそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Sa}，Q_{Tb} 及び Q_{Sb}，Q_{Tc} 及び Q_{Sc} を求める．次式によりアセトン，メタノール及び酸化メシチルの量を求めるとき，それぞれ 1.0 % 以下，0.5 % 以下及び 0.4 % 以下である．

アセトン（CH_3COCH_3）の量（%）

$= (1 / W_T) \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 400 \times 0.79$

メタノール（CH_3OH）の量（%）

$= (1 / W_T) \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 100 \times 0.79$

酸化メシチル（$CH_3COCH=C(CH_3)_2$）の量（%）

$= (1 / W_T) \times (Q_{Tc} / Q_{Sc}) \times 100 \times 0.86$

W_T：本品の秤取量（mg）

0.79：アセトン及びメタノールの密度（g/mL）

0.86：酸化メシチルの密度（g/mL）

内標準溶液　1-プロパノール 0.5 mL に水を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2 mm，長さ 2.1 m のガラス管に，250 ～ 420 μm　のガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーにガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：内標準物質の保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：内標準物質の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，1-プロパノール，酸化メシチルの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積比の相対標準偏差は，各々 4.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，メタノール 30 mL に溶かし，水 5 mL を加える．この液に 0.1 mol/L 塩酸試液を加え，pH 3.0 に調整し，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第 3 変曲点とし，第 1 変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 19.02 mg $C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

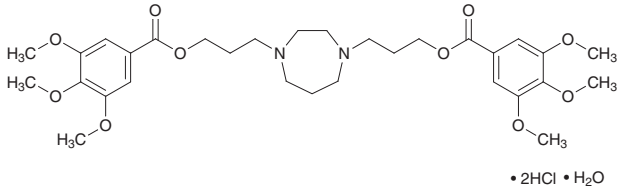
容　　器　気密容器．

ジラゼプ塩酸塩水和物

Dilazep Hydrochloride Hydrate

塩酸ジラゼプ

ジラゼプ塩酸塩



$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl・H_2O：695.63

3,3′−(1,4−Diazepane−1,4−diyl)dipropyl bis(3,4,5−trimethoxybenzoate) dihydrochloride monohydrate ［*20153−98−4*，無水物］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジラゼプ塩酸塩（$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl：677.61）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：200 ～ 204 ℃　110 ℃ の浴液中に挿入し，140 ～ 150 ℃ の間は 1 分間に約 3 ℃，160 ～ 195 ℃ の間は 1 分間に約 10 ℃，その後は 1 分間に約 1 ℃ 上昇するように加熱する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）0.1 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 0.1 mL を加え，70 ℃ の水浴中で 10 分間加温する．冷後，希塩酸 0.5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（3 → 500）5 mL にライネッケ塩試液 0.3 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.40 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/酢酸エチル/ジクロロメタン/塩酸混液（500：200：100：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これらに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 ～ 3.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で適定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

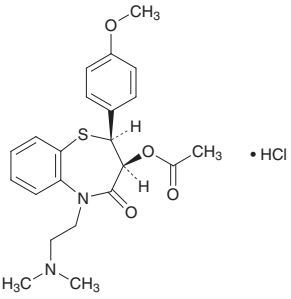
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.88 mg $C_{31}H_{44}N_2O_{10}$･2HCl

貯 法 容 器　気密容器．

ジルチアゼム塩酸塩

Diltiazem Hydrochloride

塩酸ジルチアゼム



$C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl：450.98

(2*S*,3*S*)−5−[2−(Dimethylamino)ethyl]−2−(4−methoxyphenyl)−4−oxo−2,3,4,5−tetrahydro−1,5−benzothiazepin−3−yl acetate monohydrochloride ［*33286−22−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジルチアゼム塩酸塩（$C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，無水酢酸又はエタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.05 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 2 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2） 本品 0.03 g をとり，水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により操作して得た検液は硫酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 2 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1741 cm^{-1}，1678 cm^{-1}，1252 cm^{-1} 及び 1025 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（5） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋115 ～ ＋120°（乾燥後，0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 210 ～ 215 ℃（分解）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.3 ～ 5.3 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を分解フラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない（2 ppm 以下）．

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし，以下検液と同様に操作する．

（5） 類縁物質　本品 50 mg を薄めたエタノール（99.5）（4 → 5）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（4 → 5）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の 3/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 8 g 及び *d*−カンファスルホン酸 1.5 g を水 500 mL に溶かし，孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する．このろ液にアセトニトリル 250 mL 及びメタノール 250 mL を加えた後，酢酸ナトリウム三水和物を加えて pH を 6.6 に調整する．

流量：ジルチアゼムの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（4 → 5）を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たジルチアゼムのピーク面積が，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.03 g，*d*−3−ヒドロキシ−*cis*−2,3−ジヒドロ−5−[2−(ジメチルアミノ)エチル]−2−(4−メトキシフェニル)−1,5−ベンゾチアゼピン−4(5*H*)−オン塩酸塩（以下，脱アセチル体という）0.02 g 及び安息香酸フェニル 0.02 g をエタノール（99.5）160 mL に溶かし，更に水を加えて 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼムの分離度及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度はそれぞれ 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 45.10 mg $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$

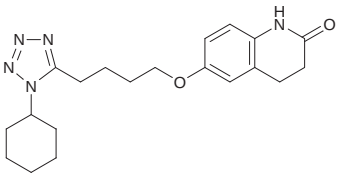
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

シロスタゾール

Cilostazol



$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46

6-[4-(1-Cyclohexyl-1*H*-tetrazol-5-yl)butyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one

[*73963-72-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）98.5 ～ 101.5 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（99.5）又はアセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシロスタゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　158 ～ 162 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品　2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液　2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロスタゾール以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の 0.7 倍より大きくない．また，試料溶液のシロスタゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の 1.2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/酢酸エチル/メタノール混液（10：9：1）

流量：シロスタゾールの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシロスタゾールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液　1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たシロスタゾールのピーク面積が，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 1 mL を正確に量り，3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン 5 mg をアセトニトリル 10 mL に溶かした液 1 mL を加え，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン，シロスタゾールの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シロスタゾールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びシロスタゾール標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれにメタノールを加えて溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とする．これらの液 1 mL ずつをとり，それぞれにメタノールを加えて 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 250）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液（10：7：3）

流量：シロスタゾールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シロスタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

シロスタゾール錠
Cilostazol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46）を含む．

製　法　本品は「シロスタゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「シロスタゾール」50 mg に対応する量をとり，アセトン 10 mL を加えてよくかき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品 25 mg をアセトン 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 6 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトニトリル/メタノール/ギ酸混液（75：25：5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットはだいだい色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 2 mL を加えて錠剤を崩壊させた後，50 mg 錠では内標準溶液 5 mL，100 mg 錠では内標準溶液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて 50 mL とし，50 mg 錠では 10 分間，100 mg 錠では 20 分間よく振り混ぜる．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mg 錠では 10 mL，100 mg 錠では 20 mL とした後，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (C / 50)$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の表示量（mg）

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 250）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg 錠では 45 分後，100 mg 錠では 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）約 5.6 μg を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，ラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，ラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 257 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠の 45 分間の溶出率は 75 % 以上，及び 100 mg 錠の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノールを加えて 50 mL とし，10 分間よく振り混ぜる．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 10 mL とした後，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 250）

試験条件
「シロスタゾール」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性
システムの性能は「シロスタゾール」の定量法のシステム適合性を準用する．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

常水
Water

H_2O：18.02

本品は，水道法第 4 条に基づく水質基準（平成 15 年厚生労働省令第 101 号）に適合するほか，次の試験に適合する．

純度試験 アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

精製水
Purified Water

本品は「常水」を超ろ過（逆浸透，限外ろ過），イオン交換，蒸留又はそれらの組み合わせにより精製した水である．本品を製造する場合には，微生物による汚染に注意を払う必要がある．

本品は精製した後，速やかに用いる．ただし，本品を適当な容器に入れ，微生物の増殖抑制が図られる場合，一定期間保存することができる．

性　状 本品は無色澄明の液で，におい及び味はない．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色～だいだい色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 塩化物 本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（3） 硫酸塩 本品 50 mL に塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4） 硝酸性窒素 本品 2.0 mL を 50 mL のビーカーにとり，サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 1 mL，塩化ナトリウム溶液（1 → 500）1 mL 及びアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，硫酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら，10 分間放置し，水 10 mL を加え，ネスラー管に移す．冷後，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）10 mL を加え，更に水を加えて 25 mL とするとき，液は黄色を呈しない．

（5） 亜硝酸性窒素 本品 10 mL をネスラー管にとり，これにスルファニルアミドの希塩酸溶液（1 → 100）1 mL 及び *N*,*N*–ジエチル–*N*′–1–ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は微赤色を呈しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

（7） 重金属 本品 40 mL に希酢酸 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品 100 mL に希硫酸 10 mL を加えて煮沸し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加え，更に 10 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

（9） 蒸発残留物 本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

貯　法
容　　器 気密容器．

滅菌精製水
Sterile Purified Water

本品は「精製水」を滅菌したものである．

性　状 本品は無色澄明の液で，におい及び味はない．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色～だいだい色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 塩化物 本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（3） 硫酸塩 本品 50 mL に塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4） 硝酸性窒素 本品 2.0 mL を 50 mL のビーカーにとり，サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 1 mL，塩化ナトリウム溶液（1 → 500）1 mL 及びアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，硫酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら，10 分間放置し，水 10 mL を加え，ネスラー管に移す．冷後，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）10 mL を加え，更に水を加えて 25 mL とするとき，液は黄色を呈しない．

（5） 亜硝酸性窒素 本品 10 mL をネスラー管にとり，これにスルファニルアミドの希塩酸溶液（1 → 100）1 mL 及び *N*,*N*–ジエチル–*N*′–1–ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は微赤色を呈しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

（7） 重金属 本品 40 mL に希酢酸 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品 100 mL に希硫酸 10 mL を加えて煮沸し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加え，更に 10 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

（9） 蒸発残留物 本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

無　菌〈*4.06*〉 本品 500 mL をとり，メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

貯　法
容　　器 密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することもできる．

注射用水
Water for Injection

本品は，「常水」又は「精製水」の蒸留，又は「精製水」の超ろ過（逆浸透膜，限外ろ過膜又はこれらの膜を組み合わせた製造システム）により製して注射剤の調製に用いるもの，又はこれを容器に入れて滅菌したものである．

本品を超ろ過法により製する場合，微生物による製造システムの汚染に特に注意し，蒸留により製したものと同等の品質をもつ必要がある．

本品を注射剤の調製に用いる場合，製造後，速やかに用いる．ただし，汚染を避け，かつ微生物の増殖が抑制されるシステムが構築されている場合，一定時間（期間）保存することができる．

本品を容器に入れて滅菌したものは，主として用時溶解又は懸濁して用いる注射剤の溶解剤に用いる．

本品を蒸留法により製した場合，その容器入り滅菌製品に対しては，別名として注射用蒸留水と表示することができる．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品 20 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色～だいだい色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 塩化物　本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（3） 硫酸塩　本品 50 mL に塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4） 硝酸性窒素　本品 2.0 mL を 50 mL のビーカーにとり，サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 1 mL，塩化ナトリウム溶液（1 → 500）1 mL 及びアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，硫酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら，10 分間放置し，水 10 mL を加え，ネスラー管に移す．冷後，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）10 mL を加え，更に水を加えて 25 mL とするとき，液は黄色を呈しない．

（5） 亜硝酸性窒素　本品 10 mL をネスラー管にとり，これにスルファニルアミドの希塩酸溶液（1 → 100）1 mL 及び *N*,*N*–ジエチル–*N*′–1–ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は微赤色を呈しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉　本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

（7） 重金属　本品 40 mL に希酢酸 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質　本品 100 mL に希硫酸 10 mL を加えて煮沸し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加え，更に 10 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

（9） 蒸発残留物　本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

ただし，超ろ過により製して注射剤の調製に用いるものについては（8）過マンガン酸カリウム還元性物質を次の（8）有機体炭素に代える．また，容器に入れて滅菌したものの（1）酸又はアルカリ，（2）塩化物，（6）アンモニウム及び（9）蒸発残留物は次の（1），（2），（6）及び（9）による．

（1） 酸又はアルカリ　本品 20 mL にフェノールレッド試液 0.05 mL 及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.13 mL を加え，穏やかに振り混ぜ，30 秒間放置するとき，液は赤色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 0.13 mL を加え，穏やかに振り混ぜ，30 秒間放置するとき，液は黄色を呈する．

（2） 塩化物　本品の内容量が 10 mL 以下の製剤の場合は，本品 15 mL をとり，これに希硝酸 2.0 mL を加えて検液とする．別に 0.001 mol/L 塩酸 0.20 mL をとり，水を加えて 15 mL とし，希硝酸 2.0 mL を加えて比較液とする．検液及び比較液に硝酸銀試液 0.30 mL ずつを加えて混和し，直射日光を避け，5 分間放置した後，黒色の背景を用い，混濁を比較するとき，検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない（0.00005 % 以下）．本品の内容量が 10 mL を超える製剤の場合は，本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉　本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液は本品の内容量が 10 mL 以下の製剤の場合はアンモニウム標準液 0.6 mL に，また，本品の内容量が 10 mL を超える製剤の場合はアンモニウム標準液 0.3 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（内容量 10 mL 以下の製剤 0.2 mg/L 以下，内容量 10 mL を超える製剤 0.1 mg/L 以下）．

（8） 有機体炭素〈*2.59*〉　試験を行うとき，有機体炭素は 0.50 mg/L 以下である．ただし，本試験は，超ろ過法により製して注射剤の調製に用いるものに適用する．

（9） 蒸発残留物　本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，本品の内容量が 10 mL 以下の製剤の場合は，その残留物量が 4.0 mg 以下であり，本品の内容量が 10 mL を超える製剤の場合は 3.0 mg 以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，本試験は容器入り滅菌製品に対して適用する．

貯　法

容　器

（1） 注射剤の調製に用いるものは微生物などの汚染が避けられる適当な容器．

（2） 密封容器．ただし，容器入り滅菌製品に対して適用する．また，本品はプラスチック製水性注射剤容器を使用することもできる．

乾燥水酸化アルミニウムゲル
Dried Aluminum Hydroxide Gel

本品は定量するとき，酸化アルミニウム（Al_2O_3：101.96）50.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に大部分溶ける．

確認試験　本品 0.2 g に希塩酸 20 mL を加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　液性　本品 1.0 g に水 25 mL を加え，よく振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に希硝酸 30 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.284 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g に希塩酸 15 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて 250 mL とし，遠心分離する．上澄液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（4）　硝酸塩　本品 0.10 g に水 5 mL を加え，更に硫酸 5 mL を注意して加え，よく振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL を層積するとき，その境界面に褐色の輪帯を生じない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g に希塩酸 10 mL を加え，加熱して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 10 mL を蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.8 g に希硫酸 10 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

制 酸 力　本品約 0.2 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え，密栓して 37±2 ℃で 1 時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 50 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 250 mL 以上である．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，塩酸 15 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 30 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 500 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.549 mg Al_2O_3

貯 法 容 器　気密容器．

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒
Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

本品は定量するとき，酸化アルミニウム（Al_2O_3：101.96）47.0 % 以上を含む．

製　法　本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 0.2 g に希塩酸 20 mL を加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

制 酸 力　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の制酸力を準用する．ただし，本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 235 mL 以上である．

定 量 法　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の定量法を準用する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.549 mg Al_2O_3

貯 法 容 器　気密容器．

水酸化カリウム
Potassium Hydroxide

KOH：56.11

本品は定量するとき，水酸化カリウム（KOH）85.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 500）はアルカリ性である．

（2）　本品の水溶液（1 → 25）はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g を水に溶かし 100 mL とし，この液 25 mL に希硝酸 8 mL 及び水を加えて 50 mL

とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL を加える（0.050 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 7 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL，希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 7 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（4） ナトリウム 本品 0.10 g を希塩酸 10 mL に溶かし，この液につき炎色反応試験（1）〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（5） 炭酸カリウム 定量法で得た B（mL）から次の式によって計算するとき，炭酸カリウム（K_2CO_3：138.21）の量は 2.0 % 以下である．

炭酸カリウムの量（mg） = 138.21 × B

定 量 法 本品約 1.5 g を精密に量り，新たに煮沸して冷却した水 40 mL を加えて溶かし，15℃ に冷却した後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉し，液の赤色が消えたときの 0.5 mol/L 硫酸の量を A（mL）とする．更にこの液にメチルオレンジ試液 2 滴を加え，再び 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの 0.5 mol/L 硫酸の量を B（mL）とする．($A - B$) mL から水酸化カリウム（KOH）の量を求める．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 56.11 mg KOH

貯 法 容 器 気密容器．

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消石灰

$Ca(OH)_2$：74.09

本品は定量するとき，水酸化カルシウム〔$Ca(OH)_2$〕90.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けにくく，熱湯に極めて溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に溶ける．

本品は空気中で二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1） 本品に 3 ～ 4 倍量の水を加えるとき泥状となり，アルカリ性を呈する．

（2） 本品 1 g を希酢酸 30 mL に溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液は，カルシウム塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品 5 g に水 100 mL を加え，かき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸 1 mL を加える．この液を 5 分間煮沸し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 25 mg 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を希塩酸 10 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 40 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 20 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（3） マグネシウム又はアルカリ金属 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希塩酸 10 mL を加えて溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で 1 時間加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜてろ過する．ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで 600℃ で強熱するとき，その量は 24 mg 以下である．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.5 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 90 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.5 mL を加えて振り混ぜ，3 ～ 5 分間放置した後，NN 指示薬 0.1 g を加え，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 3.705 mg $Ca(OH)_2$

貯 法 容 器 気密容器．

水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

NaOH：40.00

本品は定量するとき，水酸化ナトリウム（NaOH）95.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）はアルカリ性である．

（2） 本品の水溶液（1 → 25）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g を水に溶かし 100 mL と

し，この液 25 mL に希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL を加える（0.050 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 11 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL，希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 11 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（4） カリウム 本品 0.10 g を水に溶かし 40 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（1 → 30）5.0 mL を加え，直ちに振り混ぜ，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム 9.5 mg を水に溶かし，1000 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

（5） 炭酸ナトリウム 定量法で得た B（mL）から次の式によって計算するとき，炭酸ナトリウム（Na_2CO_3：105.99）の量は 2.0 % 以下である．

炭酸ナトリウムの量（mg） = 105.99 × B

（6） 水銀 本品 2.0 g に過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）1 mL 及び水 30 mL を加えて溶かす，これに精製塩酸を徐々に加えて中和し，更に薄めた硫酸（1 → 2）5 mL を加え，これに二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法（冷蒸気方式）〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 2.0 mL をとり，過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）1 mL，水 30 mL 及び試料溶液の調製に使用した量の精製塩酸を加え，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度を A_S とするとき，A_T は A_S より小さい．

定 量 法 本品約 1.5 g を精密に量り，新たに煮沸して冷却した水 40 mL を加えて溶かし，15 ℃ に冷却した後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの 0.5 mol/L 硫酸の量を A（mL）とする．更にこの液にメチルオレンジ試液 2 滴を加え，再び 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの 0.5 mol/L 硫酸の量を B（mL）とする．（$A - B$）mL から水酸化ナトリウム（NaOH）の量を計算する．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 40.00 mg NaOH

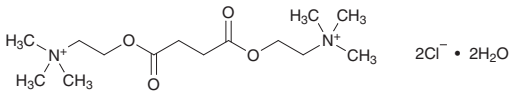
貯 法 容 器 気密容器．

スキサメトニウム塩化物水和物

Suxamethonium Chloride Hydrate

塩化スキサメトニウム

スキサメトニウム塩化物



$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$：397.34

2,2′-Succinyldioxybis(*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium) dichloride dihydrate ［*6101-15-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，スキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

融 点〈*2.60*〉 159 ～ 164 ℃（未乾燥）．

純度試験

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

（2） 類縁物質 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，15 分間放置した後観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 8.0 ～ 10.0 %（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

スキサメトニウム塩化物注射液

Suxamethonium Chloride Injection

塩化スキサメトニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31）を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）の量で表示する．

製　法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム 0.05 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

pH〈*2.54*〉　3.0 ～ 5.0

純度試験　加水分解物　定量法における初めの中和に消費する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の量は，スキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）200 mg につき 0.7 mL 以下である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，新たに煮沸して冷却した水 30 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 5 回洗う．全ジエチルエーテル洗液を合わせ，新たに煮沸して冷却した水 10 mL ずつで 2 回抽出する．この水抽出液を合わせ，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い，水層は初めの水溶液に合わせ，ブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和する．次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，還流冷却器を付けて 40 分間煮沸する．冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する．新たに煮沸して冷却した水 50 mL をフラスコに入れ，ブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和する．以下同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯　法

保存条件　凍結を避け，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 12 箇月．

注射用スキサメトニウム塩化物

Suxamethonium Chloride for Injection

注射用塩化スキサメトニウム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31）を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）の量で表示する．

製　法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05 g に対応する量をとり，水に溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム 0.05 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.25 g に対応する量をとり，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の純度試験（2）を準用する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約 0.5 g を精密に量り，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

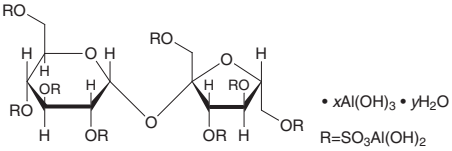
貯　法　**容　　器**　密封容器．

スクラルファート水和物

Sucralfate Hydrate

ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩

スクラルファート



$C_{12}H_{30}Al_8O_{51}S_8 \cdot x\mathrm{Al(OH)_3} \cdot yH_2O$

[*54182-58-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アルミニウム（Al：26.98）17.0 ～ 21.0 % 及びショ糖オクタ硫酸エステル（$C_{12}H_{22}O_{35}S_8$：982.80）として 34.0 ～ 43.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，熱湯，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.05 g を小試験管にとり，ナトリウムの新しい切片 0.05 g を加え，注意しながら加熱融解し，直ちに水 100 mL の中に入れ，小試験管を割り，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 40 mg を希硫酸 2 mL に溶かし，アントロン試液 2 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面は青色を呈し，徐々に青緑色に変わる．

（3）　本品 0.5 g を希塩酸 10 mL に溶かした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を希硫酸 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を希硝酸 30 mL に溶かし，沸騰するまで穏やかに加熱する．冷後，水を加えて 100 mL とし，この液 10 mL に希硝酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.50 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，塩化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし，これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 1 mL を水浴上で蒸発乾固し，これに塩化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　遊離アルミニウム　本品 3.0 g に水 50 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱し，冷後，ろ過し，残留物を水 5 mL ずつで 4 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸 2 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 50 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，pH 4.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）50 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 3 mL）．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う（0.2 % 以下）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

（6）　類縁物質　定量法（2）ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた試料溶液 50 μL につき，定量法（2）ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間が約 0.7 の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積を求めるとき，0.1 以下である．

検出感度：定量法（2）ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた標準溶液 50 μL から得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの 60 ～ 100 % になるように調整する．

乾燥減量〈*2.41*〉　14.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

制 酸 力　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，200 mL の共栓三角フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え，密栓して 37 ± 2 ℃ で正確に 1 時間振り混ぜ（振とう速度毎分 150 回，振幅 20 mm）た後，5 分間水冷する．上澄液 10 mL を正確に量り，過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 130 mL 以上である．

定 量 法

（1）　アルミニウム　本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，pH 4.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）50 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 3 mL）．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

（2）　ショ糖オクタ硫酸エステル　本品約 0.55 g を精密に量り，硫酸・水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え，激しく振り混ぜた後，30 ℃ 以下に保ちながら 5 分間超音波を照射して溶かす．次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約 0.25 g を精密に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液は速やかに調製し，直ちに試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ショ糖オクタ硫酸エステル（$C_{12}H_{22}O_{35}S_8$）の量（mg）
　= $W_S \times (A_T / A_S) \times 0.7633$

W_S：脱水物に換算したショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の秤取量（mg）

操作条件
　検出器：示差屈折計
　カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス

管に約 8 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：硫酸アンモニウム適当量（26 ～ 132 g）を水 1000 mL に溶かし，リン酸を用いて pH を 3.5 に調整する．硫酸アンモニウムの量は，ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液（1 → 100）を 60 ℃ で 10 分間放置し，冷後，直ちに試験を行うとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約 0.7 の類縁物質のピークが，ほぼベースラインに戻り，かつ，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出する量とする．

流量：ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が 6 ～ 11 分になるように調整する．

カラムの選定：ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液（1 → 100）を 60 ℃ で 10 分間放置し，冷後，直ちにこの液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持時間約 0.7 の類縁物質の分離度が 1.5 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

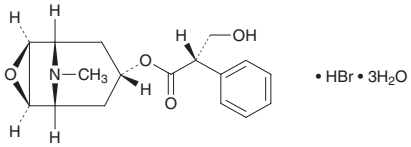
貯　法　容　　器　気密容器．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物

Scopolamine Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸スコポラミン

スコポラミン臭化水素酸塩



$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31

(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Methyl-3-oxa-9-azatricyclo[3.3.1.$0^{2,4}$]non-7-yl (2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate

[*6533-68-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スコポラミン臭化水素酸塩（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$：384.26）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の粒，若しくは粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg に発煙硝酸 3 ～ 4 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−24.0 ～ −26.0°（乾燥後，0.5 g，水，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　195 ～ 199 ℃（乾燥後，あらかじめ浴液を 180 ℃ に加熱しておく）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 0.50 g を水 15 mL に溶かし，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（3）　アポアトロピン　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし，0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.60 mL を加え，5 分間放置するとき，液の赤色は消えない．

（4）　類縁物質　本品 0.15 g を水 3 mL に溶かし，試料溶液とする．

（i）　試料溶液 1 mL にアンモニア試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（ii）　試料溶液 1 mL に水酸化カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は白濁することがあっても少時の後，澄明となる．

乾燥減量〈*2.41*〉　13.0 % 以下〔1.5 g，初めデシケーター（シリカゲル）で 24 時間，次に 105 ℃ で 3 時間乾燥する〕．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL を加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.43 mg $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ステアリルアルコール

Stearyl Alcohol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてステアリルアルコール（$C_{18}H_{38}O$：270.49）からなる．

性　状　本品は白色のろうよう物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融　点〈*1.13*〉　56 ～ 62 ℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約 17 mm，高さ約 170 mm の試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約 25 mm になるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水を入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より 5 ℃ 低い温度に達したとき，1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めな

くなったときの温度を融点とする．

酸　価〈*1.13*〉　1.0 以下．

エステル価〈*1.13*〉　3.0 以下．

水酸基価〈*1.13*〉　200 ～ 220

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0 以下．

純度試験

（1）　溶状　本品 3.0 g をエタノール（99.5）25 mL に加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　アルカリ　（1）の液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ステアリン酸
Stearic Acid

本品は脂肪から製した固形の脂肪酸で，主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）からなる．

性　状　本品は白色のろう状あるいは結晶性の塊又は粉末で，わずかに脂肪のにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：56 ～ 72 ℃

酸　価〈*1.13*〉　194 ～ 210

ヨウ素価〈*1.13*〉　4.0 以下．

純度試験

（1）　鉱酸　本品 5 g を加温して融解し，熱湯 5 mL を加えて 2 分間振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液にメチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　脂肪又はパラフィン　本品 1.0 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g 及び水 30 mL を加えて煮沸するとき，液は熱時，澄明か又は混濁することがあっても次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 30 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加える．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ステアリン酸カルシウム
Calcium Stearate

本品は主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）のカルシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，カルシウム（Ca：40.08）6.4 ～ 7.1 % を含む．

性　状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな触感があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 3 g に薄めた塩酸（1 → 2）20 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，放置する．分離した水層はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（2）及び（4）を呈する．

（2）　（1）のジエチルエーテル層を分取し，希塩酸 20 mL，10 mL，次に水 20 mL を用いて順次洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は 54 ℃ 以上である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，2 分間加温し，冷後，ろ過し，水 15 mL で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，これに希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に薄めた塩酸（1 → 2）5 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，放置して水層を分取し，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で 10 分間加温した後，温湯 10 mL，10 mL 及び 5 mL を用いてフラスコに移し入れ，次に液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え，更に 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL，エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルエロー試液 5 滴を加えた後，直ちに過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が消え，赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.004 mg Ca

貯　法　容　　器　密閉容器．

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

本品は主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）のマグネシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，マグネシウム（Mg：24.31）4.0 ～ 5.0 % を含む．

性　状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな感触があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5.0 g を丸底フラスコにとり，過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL，希硝酸 20 mL 及び水 20 mL を加え，還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する．冷後，フラスコの内容物を分液漏斗に移し，振り混ぜた後，放置して水層を分取する．ジエチルエーテル層は水 4 mL で 2 回抽出し，抽出液を先の水層に合わせる．この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル 15 mL で洗った後，50 mL のメスフラスコに移し，水を加えて正確に 50 mL とした後，振り混ぜて試料溶液とする．この液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　純度試験（5）において，試料溶液から得たステアリン酸及びパルミチン酸に相当するピークの保持時間は，システム適合性試験用溶液から得たステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間に等しい．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え，振り混ぜながら水浴上で 1 分間加熱し，冷後，ろ過する．このろ液 10 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加える．この液に 0.1 mol/L 塩酸又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05 mL を正確に加えるとき，液の色は変わる．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　確認試験（1）で得た試料溶液 10.0 mL につき試験を行う．比較液には 0.02 mol/L 塩酸 1.40 mL を加える（0.10 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　確認試験（1）で得た試料溶液 10.0 mL につき試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 硫酸 10.2 mL を加える（1.0 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，初めは弱く加熱し，次に約 500±25℃ で強熱して灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，2 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ紙を水 15 mL で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し，これに希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5）　ステアリン酸・パルミチン酸含量比　本品 0.10 g を正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ，溶けるまで約 10 分間加熱する．冷却器からヘプタン 4.0 mL を加え，約 10 分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加えて振り混ぜ，放置して液を二層に分離させる．分離したヘプタン層を，あらかじめヘプタンで洗った約 0.1 g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる．この液 1.0 mL を 10 mL のメスフラスコにとり，ヘプタンを加えて正確に 10 mL とし，振り混ぜ，試料溶液とする．試料溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積 A 及び得られたすべての脂肪酸エステルのピーク面積 B（検出したすべてのピークの面積）を測定し，本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率（%）を次式により計算する．

$$\text{ステアリン酸の比率（\%）} = (A / B) \times 100$$

同様に，本品中に含まれるパルミチン酸の比率（%）を計算する．ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルの合計ピーク面積は，クロマトグラムで得られたすべての脂肪酸エステルのピークの合計面積の，それぞれ 40 % 以上及び 90 % 以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m の石英製カラムの内面に厚さ 0.5 μm でガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15000–ジエポキシドを被覆したもの．

カラム温度：試料注入後 2 分間 70 ℃ に保ち，その後，毎分 5 ℃ の速度で 240 ℃ まで上昇させた後，この温度を 5 分間維持する．

注入口温度：220 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：260 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ステアリン酸メチルの保持時間が約 32 分になるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

面積測定範囲：溶媒のピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：デシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥したガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ 50 mg を正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ，以下，試料溶液と同様に操作し，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，ヘプタンを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 μL から得たステアリン酸メチルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のステアリン酸メチルのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルミチン酸メチル，ステアリン酸メチルの順に溶出し，ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間比は約 0.86 で，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，パルミチン

酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は 6.0 % 以下である．また，この繰り返しで得られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 6.0 % 以下（2 g，105 ℃ 恒量）．

微生物限度 〈*4.05*〉 試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 500 以下である．またサルモネラ及び大腸菌は認めない．

定 量 法 本品を乾燥し，約 0.5 g を精密に量り，250 mL のフラスコにとり，これにエタノール（99.5）/1-ブタノール混液（1：1）50 mL，アンモニア水（28）5 mL，pH 10 の塩化アンモニウム緩衝液 3 mL，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30.0 mL 及びエリオクロムブラック T 試液 1 ～ 2 滴を加え，振り混ぜる．この液が澄明となるまで 45 ～ 50 ℃ で加熱し，冷後，過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.1 mol/L 硫酸亜鉛液で液が青色から紫色に変わるまで滴定 〈*2.50*〉 する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.431 mg Mg

貯 法 容 器 気密容器．

ステアリン酸ポリオキシル 40

Polyoxyl 40 Stearate

ポリオキシル 40 モノステアリン酸エステル

本品は酸化エチレンの縮重合体のモノステアリン酸エステルで，$H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$ で表され，n は約 40 である．

性 状 本品は白色～淡黄色のろうようの塊又は粉末で，においはないか，又はわずかに脂肪ようのにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

凝 固 点 〈*2.42*〉 39.0 ～ 44.0 ℃

脂肪酸の凝固点 〈*1.13*〉 53 ℃以上．

酸 価 〈*1.13*〉 1 以下．

けん化価 〈*1.13*〉 25 ～ 35

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属 〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素 〈*1.11*〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

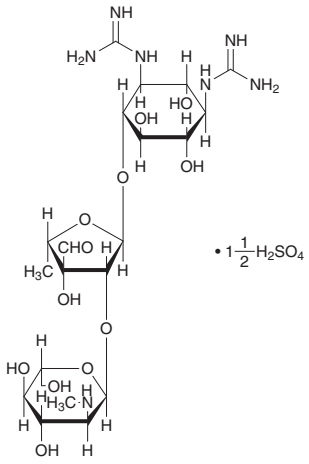
強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate

硫酸ストレプトマイシン



$C_{21}H_{39}N_7O_{12}\cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$：728.69

2-Deoxy-2-methylamino-α-L-glucopyranosyl-(1→2)-5-deoxy-3-*C*-formyl-α-L-lyxofuranosyl-(1→4)-*N*,*N*′-diamidino-D-streptamine sesquisulfate ［*3810-74-0*］

本品は，*Streptomyces griseus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 740 ～ 820 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ストレプトマイシン（$C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 50 mg を水 5 mL に溶かし，ニンヒドリン試液 1 mL 及びピリジン 0.5 mL を加え，10 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品及びストレプトマイシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（7 → 100）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1,3-ジヒドロキシナフタレンのエタノール（95）溶液（1 → 500）/薄めた硫酸（1 → 5）混液（1：1）を均等に噴霧した後，約 150 ℃ で約 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得た主スポットは同様の色調を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 5）は硫酸塩の定性反応 〈*1.09*〉 を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−79 ～ −88°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.20 g を正確に量り，メタノール/硫酸混液（97：3）に溶かして 5 mL とし，還流冷却器を付けて 1 時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール/硫酸混液（97：3）適量で洗い，メタノール/硫酸混液（97：3）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に D-マンノース 36 mg を正確に量り，メタノール/硫酸混液（97：3）に溶かして 5 mL とし，還流冷却器を付けて 1 時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール/硫酸混液（97：3）適量で洗い，メタノール/硫酸混液（97：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール/硫酸混液（97：3）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール/酢酸（100）混液（2：1：1）を展開溶媒として 13 ～ 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1,3-ジヒドロキシナフタレンのエタノール（95）溶液（1 → 500）/薄めた硫酸（1 → 5）混液（1：1）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液　ストレプトマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

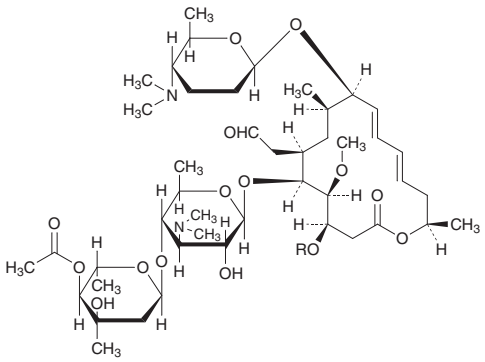
（iv） 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

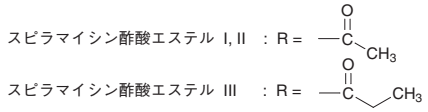
貯 法 容 器　気密容器．

スピラマイシン酢酸エステル

Acetylspiramycin

アセチルスピラマイシン





（スピラマイシン酢酸エステルⅠ，Ⅱ）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

（スピラマイシン酢酸エステルⅢ）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propionyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*74014-51-0*，スピラマイシン酢酸エステル]

本品は，*Streptomyces ambofaciens* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 ～ 1450 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，スピラマイシン酢酸エステルⅡ（$C_{47}H_{78}N_2O_{16}$：927.13）としての量をスピラマイシン酢酸エステル質量（力価）で示し，スピラマイシン酢酸エステル 1 mg（力価）はスピラマイシン酢酸エステルⅡ（$C_{47}H_{78}N_2O_{16}$）0.7225 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認

める．

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

成分含量比　本品 25 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，スピラマイシン酢酸エステルⅡ，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのピーク面積 $A_{Ⅱ}$，$A_{Ⅲ}$，$A_{Ⅳ}$，$A_{Ⅴ}$，$A_{Ⅵ}$ 及び $A_{Ⅶ}$ を自動積分法により測定し，これらのピーク面積の和に対する $A_{Ⅱ}$，$A_{Ⅳ}$ 及び $A_{Ⅲ}$ と $A_{Ⅴ}$ の和の割合を求めるとき，$A_{Ⅱ}$ は 30 ～ 45 %，$A_{Ⅳ}$ は 30 ～ 45 %，$A_{Ⅲ}$ と $A_{Ⅴ}$ の和は 25 % 以下である．ただし，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのスピラマイシン酢酸エステルⅡに対する相対保持時間はそれぞれ 1.3，1.7，2.3，0.85 及び 1.4 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：231 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/リン酸水素二カリウム溶液（87 → 25000）混液（26：7：7）

流量：スピラマイシン酢酸エステルⅡの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品 25 mg を移動相に溶かし，100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 14500 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ⅱ） 培地　培地（1）の 1）の ⅰ を用いる．

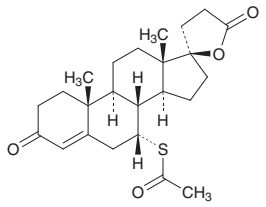
（ⅲ） 標準溶液　スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 20 mL に溶かし，更に，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ） 試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 20 mL に溶かし，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器　気密容器．

スピロノラクトン

Spironolactone



$C_{24}H_{32}O_4S$：416.57

7α-Acetylsulfanyl-3-oxo-17α-pregn-4-ene-21,17β-carbolactone ［*52-01-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スピロノラクトン（$C_{24}H_{32}O_4S$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：198 ～ 207 ℃　125 ℃ の浴液中に挿入し，140 ～ 185 ℃ の間は 1 分間に約 10 ℃，その前後は 1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱を続ける．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスピロノラクトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスピロノラクトン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペ

クトルに差を認めるときは，本品及びスピロノラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33 ～ −37°（乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，200 mm）．

純度試験

（1） メルカプト化合物　本品 2.0 g に水 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 10 mL にデンプン試液 1 mL 及び 0.01 mol/L ヨウ素液 0.05 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸 *n*−ブチルを展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のメタノール溶液（1 → 10）を均等に噴霧した後，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品及びスピロノラクトン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 250 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 238 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スピロノラクトン（$C_{24}H_{32}O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

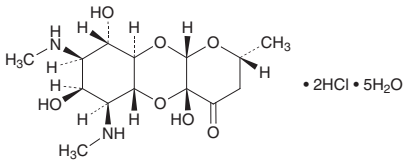
W_S：スピロノラクトン標準品の秤取量（mg）

貯法　容器　気密容器．

スペクチノマイシン塩酸塩水和物

Spectinomycin Hydrochloride Hydrate

塩酸スペクチノマイシン



$C_{14}H_{24}N_2O_7 \cdot 2HCl \cdot 5H_2O$：495.35

(2*R*,4a*R*,5a*R*,6*S*,7*S*,8*R*,9*S*,9a*R*,10a*S*)−4a,7,9−Trihydroxy−2−methyl−6,8−bis(methylamino)−2,3,4a,5a,6,7,8,9,9a,10a−decahydro−4*H*−pyrano[2,3−*b*][1,4]benzodioxin−4−one dihydrochloride pentahydrate ［*22189−32−8*］

本品は，*Streptomyces spectabilis* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，1 mg 当たり 603 ～ 713 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，スペクチノマイシン（$C_{14}H_{24}N_2O_7$：332.35）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にアントロン試液を穏やかに加えるとき，接界面は，青色～青緑色を呈する．

（2） 本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 150）3 mL に硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+15 ～ +21°（脱水物に換算したもの 2.1 g，水，25 mL，200 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～5.6 である．

水分〈2.48〉 16.0 ～ 20.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液　スペクチノマイシン塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，10 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

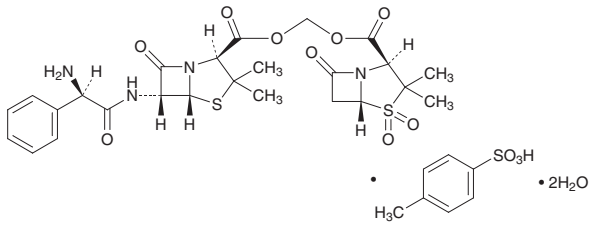
貯　法　容　　器　気密容器．

スルタミシリントシル酸塩水和物

Sultamicillin Tosilate Hydrate

スルタミシリントシル酸塩

トシル酸スルタミシリン



$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2 \cdot C_7H_8O_3S \cdot 2H_2O$：802.89

(2*S*,5*R*)-(3,3-Dimethyl-4,4,7-trioxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ylcarbonyloxy)methyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monotosylate dihydrate

[*83105-70-8*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり，698 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価はスルタミシリン（$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$：594.66）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルタミシリントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋173 ～ ＋187°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水/アセトニトリル混液（3：2），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） アンピシリン　本操作は速やかに行う．本品約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 6 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンピシリンのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g に水約 750 mL を加えて溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を用いて pH を 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 80 mL に加え，1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンピシリン標準品 12 mg，スルバクタム標準品 4 mg 及び *p*-トルエンスルホン酸一水和物 4 mg を移動相 1000 mL に溶かす．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，*p*-トルエンスルホン酸，アンピシリンの順に溶出し，それぞれの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） スルバクタム　本操作はすみやかに行う．本品約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にスルバクタム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

（5） ペニシロ酸　本品約 25 mg を精密に量り，100 mL の共栓フラスコに入れ，アセトニトリル 1 mL に溶かし，pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 25 mL を加える．この液に 0.005 mol/L ヨウ素液 5 mL を正確に加え，密栓して 5 分間放置した後，0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1.0 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸（$C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$：630.69）の量は 3.0 % 以下である．

0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

＝ 0.2585 mg $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

（6） 残留溶媒〈*2.46*〉 本品約 0.1 g を精密に量り，メタノール 2 mL に溶かし，更に水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸エチル約 1 g を精密に量り，

水を混和し，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノール 10 mL を加え，更に水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の酢酸エチルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，2.0 % 以下である．

酢酸エチルの量（%）$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：酢酸エチルの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 1 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン–ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 8.5 nm，比表面積 300 ～ 400 m^2/g）を充てんする．
カラム温度：155 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：酢酸エチルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 500 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

水　分〈2.48〉 4.0 ～ 6.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は速やかに行う．本品及びスルタミシリントシル酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルタミシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スルタミシリン（$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4–アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液（1 → 2500）

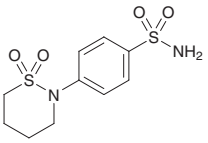
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）
カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g に水約 750 mL を加えて溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 400 mL に加えて 1000 mL とする．
流量：スルタミシリンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，*p*–トルエンスルホン酸，スルタミシリン，内標準物質の順に溶出し，それぞれの分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルタミシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

スルチアム

Sultiame



$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$：290.36
4–(3,4,5,6–Tetrahydro–2*H*–1,2–thiazin–2–yl)benzenesulfonamide *S*,*S*–dioxide ［*61–56–3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルチアム（$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*–ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，*n*–ブチルアミンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*–ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（2） 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム十水和物 0.5 g を混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 10 mL を加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液 4 mL に過酸化水素（30）2 滴，薄めた塩酸（1 → 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，

両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　185 ～ 188 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，酢酸（100）2 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 40 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に水酸化ナトリウム試液 8 mL，酢酸（100）0.8 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸 8 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 40 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に水酸化ナトリウム試液 8 mL，希塩酸 4.2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にスルファニルアミド 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（30：8：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

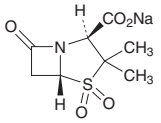
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし，0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 58.07 mg $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

スルバクタムナトリウム

Sulbactam Sodium



$C_8H_{10}NNaO_5S$：255.22

Monosodium (2*S*,5*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide

[*69388-84-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 875 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，スルバクタム（$C_8H_{11}NO_5S$：233.24）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+219 ～ +233°（1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 7.2 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　スルバクタムペニシラミン　本品約 0.2 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約 40 mg を精密に量り，水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，室温で 10 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法で測定するとき，スルバクタムペニシラミンの量は 1.0 % 以下である．

スルバクタムペニシラミンの量（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

試験条件
カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）
システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びスルバクタム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

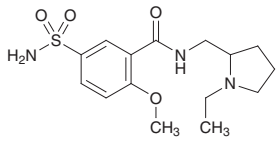
スルバクタム（$C_8H_{11}NO_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：スルバクタム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（7 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.005 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 750 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 250 mL を加える．
流量：スルバクタムの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

スルピリド
Sulpiride



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43
N−(1−Ethylpyrrolidin−2−ylmethyl)−2−methoxy−5−sulfamoylbenzamide ［*15676−16−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）又は希酢酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は 0.05 mol/L 硫酸試液に溶ける．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は，旋光性を示さない．

融点：約 178 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を 0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 g を希酢酸 7 mL に溶かし，水を加えて 20 mL とするとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.020 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以

下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.14 mg $C_{15}H_{23}N_3O_4S$

貯 法 容 器 密閉容器．

スルピリドカプセル
Sulpiride Capsules

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43）を含む．

製 法 本品は「スルピリド」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 289 ～ 293 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.05 mol/L 硫酸試液 30 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，1 mL 中にスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 1 mg を含む液となるように 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

スルピリド錠
Sulpiride Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43）を含む．

製 法 本品は「スルピリド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 289 ～ 293 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.05 mol/L 硫酸試液 30 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，1 mL 中にスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 1 mg を含む液となるように 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

溶 出 性 〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg 錠は 30 分後，100 mg 錠及び 200 mg 錠は 45 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 56 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠の 30 分間の溶出率は 80 % 以上，100 mg 錠及び 200 mg 錠の 45 分間の溶出率はそれぞれ 75 % 以上及び 70 % 以上である．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）
C：1 錠中のスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

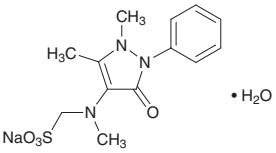
スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

貯 法 容 器　気密容器.

スルピリン水和物

Sulpyrine Hydrate
スルピリン



$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35
Monosodium［(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-pyrazol-4-yl)(methyl)amino］methanesulfonate monohydrate
［*5907-38-0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，スルピリン（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$：333.34）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 15）3 mL に希硫酸 2 滴及びサラシ粉試液 1 mL を加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2）　本品の水溶液（1 → 25）5 mL に希塩酸 3 mL を加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，中性である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.20 g を 0.05 mol/L 塩酸に溶かして 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は，0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に 0.05 mol/L 塩酸を加えて 50 mL とする（0.120 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　メルブリン　本品 0.10 g に水 2 mL 及び希硫酸 1 mL を加え，漏斗で覆い，穏やかに 15 分間煮沸する．冷後，酢酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 2）2 mL 及び水を加えて 5 mL とし，ベンズアルデヒド飽和溶液 5 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は澄明である．

（5）　クロロホルム可溶物　本品 1.0 g にクロロホルム 10 mL を加え，30 分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．沈殿は更にクロロホルム 5 mL ずつで 2 回洗う．ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 5.0 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，10 ℃ 以下に冷却した薄めた塩酸（1 → 20）100 mL を加えて溶かし，5 ～ 10 ℃ に保ちながら直ちに 0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は 0.05 mol/L ヨウ素液を滴加後，1 分間強く振り混ぜても脱色しない青色を呈するときとする（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 16.67 mg $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器.

スルピリン注射液

Sulpyrine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するスルピリン水和物（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35）を含む．

製　法　本品は「スルピリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 8.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2 g に対応する容量をとり，水を加えて 3 mL とする．この液に希硫酸 2 滴及びサラシ粉試液 1 mL を加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2）　本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2 g に対

応する容量をとり，水を加えて 5 mL とする．この液に希塩酸 3 mL を加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液のスルピリン水和物（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$）約 50 mg に対応する容量 VmL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリン（別途「スルピリン水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，エタノール（95）5 mL，4–ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 250）2 mL 及び酢酸（100）2 mL ずつを加え，よく振り混ぜて 15 分間放置した後，水を加えて 25 mL とする．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 510 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 mL 中のスルピリン水和物（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$）の量(mg)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (50 / V) \times 1.0540$$

W_S：乾燥物に換算した定量用スルピリンの秤取量（mg）

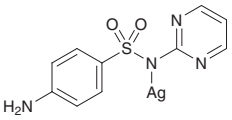
貯 法

保存条件 遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

スルファジアジン銀

Sulfadiazine Silver



$C_{10}H_9AgN_4O_2S$：357.14

Monosilver 4–amino–*N*–(pyrimidin–2–yl)benzenesulfonamidate ［*22199–08–2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファジアジン銀（$C_{10}H_9AgN_4O_2S$）99.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 275 ℃（分解）．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスルファジアジン銀標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 硝酸塩 本品 1.0 g を水 250 mL に加え，50 分間振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウム 0.25 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 2000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2.0 mL ずつを正確に量り，クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物の硫酸溶液（1 → 10000）5 mL 及び硫酸を加えて正確に 10 mL とする．別に水 2.0 mL を正確に量り，同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない（0.05 % 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をエタノール（95）/アンモニア水（28）混液（3：2）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（3：2）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（3：2）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（10：5：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得た主スポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 41 ～ 45 %（1 g）．

銀 含 量 本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，硝酸 2 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用銀標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に銀（Ag：107.87）1.0 ～ 2.0 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて銀含量を定量するとき，28.7 ～ 30.8 % である．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銀中空陰極ランプ

波長：328.1 nm

定 量 法 本品及びスルファジアジン銀標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，アンモニア試液に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 1 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，アンモニア試液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とした液を対照

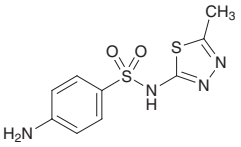
とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スルファジアジン銀（$C_{10}H_9AgN_4O_2S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：スルファジアジン銀標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

スルファメチゾール
Sulfamethizole



$C_9H_{10}N_4O_2S_2$：270.33
4-Amino-*N*-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)benzenesulfonamide　［*144-82-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメチゾール（$C_9H_{10}N_4O_2S_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

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

融　点〈2.60〉　208 ～ 211 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）混液（20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

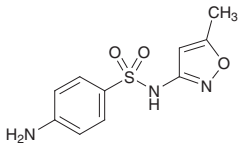
強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
$= 27.03$ mg $C_9H_{10}N_4O_2S_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

スルファメトキサゾール
Sulfamethoxazole
スルフイソメゾール



$C_{10}H_{11}N_3O_3S$：253.28
4-Amino-*N*-(5-methylisoxazol-3-yl)benzenesulfonamide
［*723-46-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメトキサゾール（$C_{10}H_{11}N_3O_3S$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

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

融　点〈2.60〉　169 ～ 172 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加熱した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をアンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 50）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 50）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 50）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトニトリル/薄めたアンモニア水（28）（7 → 100）混液（10：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

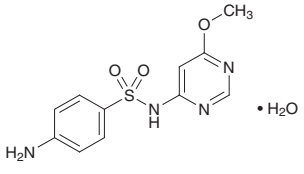
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，水 10 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールフタレイン試液 0.5 mL）．別に *N*,*N*–ジメチルホルムアミド 30 mL に水 26 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 25.33 mg $C_{10}H_{11}N_3O_3S$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

スルファモノメトキシン水和物

Sulfamonomethoxine Hydrate
スルファモノメトキシン



$C_{11}H_{12}N_4O_3S \cdot H_2O$：298.32
4–Amino–*N*–(6–methoxypyrimidin–4–yl)benzenesulfonamide monohydrate ［*1220–83–3*，無水物］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファモノメトキシン（$C_{11}H_{12}N_4O_3S$：280.30）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶，粒又は粉末で，においはない．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

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

融 点〈2.60〉 204 ～ 206 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，加熱するとき，白濁を生じない．冷後，更にアセトン 5 mL を加えるとき，液は澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.02 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1–ブタノール/アンモニア水（28）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得られた主スポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 4.5 ～ 6.5 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

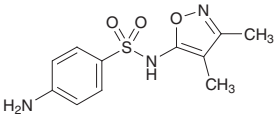
0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 28.03 mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

スルフイソキサゾール

Sulfisoxazole

スルファフラゾール



$C_{11}H_{13}N_3O_3S$：267.30

4-Amino-*N*-(3,4-dimethylisoxazol-5-yl)benzenesulfonamide ［*127-69-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフイソキサゾール（$C_{11}H_{13}N_3O_3S$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はピリジン又は *n*-ブチルアミンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は青緑色を呈する．

（3）　本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えて振り混ぜる．更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡黄褐色を呈する．

（4）　本品 0.5 g に酢酸（100）2 mL を加え，還流冷却器を付けて加熱して溶かし，無水酢酸 1 mL を加えて 10 分間煮沸する．これに水 10 mL を加えて冷却した後，更に水酸化ナトリウム溶液（3 → 10）約 7 mL を加えてアルカリ性とし，必要ならばろ過する．この液に直ちに酢酸（100）を滴加して酸性とし，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 208 ～ 210 ℃ である．

融　点〈*2.60*〉　192 ～ 196 ℃（分解）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加熱した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，メタノール 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．別にメタノール 50 mL に水 18 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 53.46 mg $C_{11}H_{13}N_3O_3S$

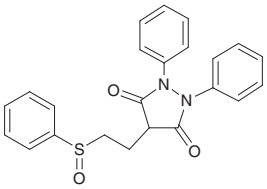
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

スルフィンピラゾン

Sulfinpyrazone



$C_{23}H_{20}N_2O_3S$：404.48

1,2-Diphenyl-4-[2-(phenylsulfinyl)ethyl]pyrazolidine-3,5-dione ［*57-96-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はアセトン又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 138 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg を酢酸（100）1 mL に溶かし，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2）　本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルフィンピラゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をアセトン 10 mL に溶かすとき，

液は無色澄明である．また，本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．更に試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板に，窒素気流下で速やかにスポットする．次にクロロホルム/酢酸（100）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外の最も濃いスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，アセトン 40 mL に溶かし，水 40 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.45 mg $C_{23}H_{20}N_2O_3S$

貯 法 容 器 密閉容器．

スルフィンピラゾン錠
Sulfinpyrazone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するスルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$：404.48）を含む．

製 法 本品は「スルフィンピラゾン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「スルフィンピラゾン」2 mg に対応する量をとり，酢酸（100）1 mL を加えて振り混ぜた後，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性 別に規定する．

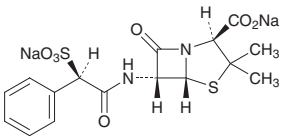
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 50 mL を加えて振り混ぜ，冷後，水を加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．上澄液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にスルフィンピラゾン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノール 25 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 50 mL を加え，冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：スルフィンピラゾン標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 密閉容器．

スルベニシリンナトリウム
Sulbenicillin Sodium



$C_{16}H_{16}N_2Na_2O_7S_2$：458.42

Disodium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate ［*28002-18-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，スルベニシリン（$C_{16}H_{18}N_2O_7S_2$：414.45）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルベニシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+167 ～ +182°（脱水物に換算したもの 1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 2.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 15 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，スルベニシリンの 2 つのピーク以外のピークの量は 2.0 % 以下である．また，スルベニシリンの 2 つのピーク以外のピークの合計は 5.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 10 g を水 750 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液で pH 6.0±0.1 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 940 mL にアセトニトリル 60 mL を加える．

流量：スルベニシリンの 2 つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からスルベニシリンの 2 つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間の 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL から得たスルベニシリンの 2 つのピークの合計面積が，システム適合性試験用溶液から得たスルベニシリンの 2 つのピークの合計面積の 7 ～ 13 % であることを確認する．

システムの性能：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルベニシリンの 2 つのピークの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルベニシリンの 2 つのピークの和の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 6.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.4 ～ 6.6 とする．

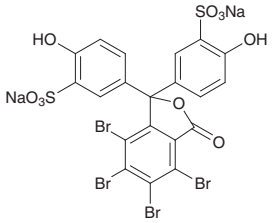
（iii） 標準溶液 スルベニシリンナトリウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は凍結して保存し，4 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 10 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 10 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 密封容器．

スルホブロモフタレインナトリウム

Sulfobromophthalein Sodium



$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00

Disodium 5,5′-(4,5,6,7-tetrabromo-3-oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1,1-diyl)bis(2-hydroxybenzenesulfonate)

［*71-67-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）96.0 ～ 104.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は青紫色を呈し，これに希塩酸 1 mL を加えるとき，液の色は消える．

（2） 本品 0.2 g を磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよくかき混ぜた後，強熱して炭化し，冷後，残留物に熱湯 15 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱した後，ろ過する．ろ液に塩酸を加え，わずかに酸性とした液は，臭化物の定性反応〈1.09〉並びに硫酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を加える（0.002 % 以下）．

（3） 硫酸塩 本品の水溶液（1 → 500）10 mL に希塩酸

5 滴を加え，沸騰するまで加熱し，これに熱塩化バリウム試液 1 mL を加え，1 分間後に観察するとき，液は澄明である．

（4） カルシウム　本品約 5 g を精密に量り，磁製皿に入れ，弱く加熱して炭化した後，700 ～ 750 ℃ に強熱して炭化する．冷後，希塩酸 10 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱した後，内容物を 50 mL の水を用いてフラスコに移し，8 mol/L 水酸化カリウム試液 5 mL 及び NN指示薬 0.1 g を加えた後，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 0.4008 mg Ca

カルシウム（Ca：40.08）の量は 0.05 % 以下である．

（5） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉　本品 0.65 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，炭化物が残るときは更に少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，希硫酸 10 mL を加えて白煙が発生するまで加熱し，冷後，残留物に水 5 mL を加える．これを検液とし，試験を行う（3.1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　5.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　14 ～ 19 %（乾燥後，0.5g，700 ～ 750 ℃）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 580 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

スルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）の量（mg）
　= (A / 881) × 200000

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

スルホブロモフタレインナトリウム注射液
Sulfobromophthalein Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 94 ～ 106 % に対応するスルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00）を含む．

製　法　本品は「スルホブロモフタレインナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 6.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.02 g に対応する容量をとり，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.1 g に対応する容量をとり，無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて水浴上で蒸発乾固し，更に強熱して炭化し，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験（2）を準用する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉　本品の表示量に従い，生理食塩液を加えて 0.5 w/v% 溶液とし，ウサギの体重 1 kg につき，この液 5 mL を注射し，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のスルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 500 mL とする．以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の定量法を準用する．

スルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）の量（mg）
　= (A / 881) × 200000

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

血清性性腺刺激ホルモン
Serum Gonadotrophin

本品は健康な妊馬の血清について適切なウイルス検査を行い，ウイルスを除去又は不活性化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は 1 mg 中 2000 血清性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．

本品は定量するとき，表示単位の 80 ～ 125 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得た Y_3 及び Y_4 につき，次の式によって b を計算するとき，b は 120 以上である．

$b = E / I$

$E = (Y_3 - Y_4) / f$

f：1 群の試験動物の数

$I = \log (T_H / T_L)$

純度試験　溶状　本品の表示単位に従い，1 mL 中 9000 単位を含むように生理食塩液を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　8.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.1 EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品に生理食塩液を加えて 5 mL 中に 4000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約

350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し，1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し，7 日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比 活 性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の血清性性腺刺激ホルモンを含む．

（ⅰ） 標準溶液　ウシ血清アルブミン約 3 mg を量り，水を加え，その 1 mL 中に 500 μg を含むように溶かす．この液に水を加え，1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 200 μg，150 μg，100 μg 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（ⅱ） 試料溶液　本品約 1 mg を量り，水を加え，その 1 mL 中に正確に 180 μg を含むように溶かし，試料溶液とする．

（iii） 炭酸ナトリウム溶液　炭酸ナトリウム（標準試薬）2 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする．

（iv） 酒石酸ナトリウム溶液　酒石酸ナトリウム二水和物約 1 g に水を加えて 100 mL とする．

（ⅴ） 硫酸銅溶液　硫酸銅（Ⅱ）五水和物 0.5 g に（iv）液を加えて 100 mL とする．

（vi） アルカリ性銅溶液　（iii）の炭酸ナトリウム溶液 50 mL と（ⅴ）の硫酸銅溶液 1 mL とを混合する．用時調製し，1 日経過したら捨てる．

（vii） 操作法　各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL を正確に量り，小型の試験管に入れる．（vi）のアルカリ性銅溶液を 3 mL 加え，混合する．室温で 10 分以上放置した後，薄めたフォリン試液（1 → 2）を 0.3 mL 加え，すばやく混合し，30 分以上放置する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，すみやかに紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体 1 mL 中の含量を計算する．

比活性（単位/たん白質 mg）
＝｛(定量法で得られた本品 1 mg 中の単位)／(本品中のたん白質含有率)｝× 100

定 量 法

（ⅰ） 試験動物　体重約 45 g の健康な雌シロネズミを用いる．

（ⅱ） 標準溶液　血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液 0.5 mL 中に，10，20，40 及び 80 単位を含む 4 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に，次の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の 1 群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約 3 倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし，その用量の 1.5 ～ 2.0 倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（iii） 試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（iv） 操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D 群の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L の 0.5 mL を 1 回のみ皮下注射し，第 6 日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（ⅴ） 計算法　S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数
＝ antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）×（b / a）

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$$
$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$
$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）
b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい．また，次の式によって L（P= 0.95）を計算するとき，L は 0.3 以下である．もし，F' が F_1 を，また，L が 0.3 を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 - Y_4)^2 / (4fs^2)$$

f：各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$$

$\sum y^2$：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$
$$n = 4(f - 1)$$

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

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

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

注射用血清性性腺刺激ホルモン
Serum Gonadotrophin for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された血清性性腺刺激ホルモン単位の 80 ～ 125 % を含む．

製　法　本品は「血清性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験　「血清性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.03 g を生理食塩液 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.1 EU/単位未満．

定 量 法　「血清性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率 ＝ antilog M

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン
Human Menopausal Gonadotrophin

本品は健康な閉経後の婦人の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので，卵胞刺激ホルモン作用と黄体形成ホルモン（間質細胞刺激ホルモン）作用を有する．

本品は 1 mg 中 40 卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすい．

純度試験　黄体形成ホルモン　定量法及び次の方法により試験を行うとき，黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は 1 以下である．

（i）　試験動物　体重約 45 ～ 65 g の健康な雄シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液 1.0 mL 中に 10, 20 及び 40 黄体形成ホルモン単位を含む 3 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物に（iv）の操作法に従って注射し，精のうの質量を測定する．試験の結果に基づき精のうの質量が 20 ～ 35 mg になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液 S_H とする．この高用量標準溶液に pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする．

（iii）　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液とほぼ等しい作用を示すように pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし高用量試料溶液 T_H とする．この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液 T_L とする．

調製した標準溶液及び試料溶液は 2 ～ 8 ℃ に保存する．

（iv）　操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.2 mL ずつ 5 日間皮下注射し，第 6 日に精のうを摘出し，付着する外液と不要組織を分離し，ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し，精のうの質量を量る．

（v）　計算法　定量法の（v）を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　本品をエンドトキシン試験用水 1 mL 当たり 75 卵胞刺激ホルモン単位を溶かし，試験を行うとき，エンドトキシンとして 1 卵胞刺激ホルモン単位あたり 0.66 EU 未満である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

比 活 性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 50 卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

（i）　試料溶液　本品約 10 mg を精密に量り，水を加え，その 1 mL 中に正確に 200 μg を含むように溶かし，試料溶液とする．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液に水を加え，1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300, 200, 100 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約 18 mm，長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 10 分間加温した後，薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃

度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定 量 法

（ⅰ） 試験動物　体重約 45 ～ 65 g の健康な雌シロネズミを用いる．

（ⅱ） 標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，1.0 mL 中に 0.75，1.5 及び 3.0 卵胞刺激ホルモン単位を含む 3 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物に，（ⅳ）の操作法に従って注射し，卵巣の質量を測定する．試験の結果に基づき卵巣の質量がほぼ 120 ～ 160 mg になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液 S_H とする．この高用量標準溶液にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする．

（ⅲ） 試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ⅳ） 操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L を第 1 日の午後 1 回，第 2 日の午前，正午及び午後の 3 回，第 3 日の午前及び午後の 2 回にわたって 1 回 0.2 mL ずつ皮下注射する．第 5 日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他不要組織を分離し，ろ紙で付着する水を軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（ⅴ） 計算法　S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数
$= \text{antilog}\, M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times (b / a)$

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log (S_H / S_L) = \log (T_H / T_L)$$
$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$
$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）
b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい．また，次の式によって L（P= 0.95）を計算するとき，L は 0.3 以下である．もし，F' が F_1 を，また，L が 0.3 を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 - Y_4)^2 / (4\, fs^2)$$

f：各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$$

$\sum y^2$：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値
$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$
$n = 4\,(f - 1)$

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

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

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin
胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は健康な妊婦の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は 1 mg 当たり 2500 ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．また，たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

本品は定量するとき，表示単位の 80 ～ 125 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得た Y_3 及び Y_4 につき，次の式によって b を計算するとき，b は 120 以下である．

$$b = E / I$$

$$E = (Y_3 - Y_4) / f$$

f：1 群の試験動物の数

$$I = \log (T_H / T_L)$$

純度試験

（1）　溶状　本品 0.05 g を生理食塩液 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　卵胞ホルモン　去勢後少なくとも 2 週間以上経た雌のシロネズミ又はシロハツカネズミ 3 匹に，表示単位に従い 100 単位に対応する量を精密に量り，生理食塩液 0.5 mL に溶かし，皮下注射する．注射後，第 3 日，第 4 日及び第 5 日の 3 日間，1 日 2 回ずつ腟分泌物をとり，スライドガラスに薄く塗付して乾燥した後，ギムザ試液で染色し，水で洗い，乾燥して鏡検〈*5.01*〉するとき，発情像を認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03 EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1 mL 中に 120 単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約 350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し，1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し，7 日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比 活 性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上のヒト絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

（i）　試料溶液　本品の表示量に従い，適量に水を加え，1 mL 中にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン約 500 単位を含むように調製する．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液に水を加え，1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300，200，100 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約 18 mm，長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 10 分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定 量 法

（i）　試験動物　体重約 45 ～ 65 g の健康な雌シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液 2.5 mL 中に，7.5，15，30 及び 60 単位を含む 4 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に，（iv）の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の 1 群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約 2.5 倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準品の濃度とし，その用量の 1.5 ～ 2.0 倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（iii）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（iv）　操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D 群の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.5 mL ずつ 5 日間皮下注射し，第 6 日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（v）　計算法　S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数

$$= \text{antilog } M \times (S_H \text{ 1 mL 中の単位数}) \times (b / a)$$

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log (S_H / S_L) = \log (T_H / T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい．また，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.3 以下である．もし，

F' が F_1 を，また，L が 0.3 を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / 4\,fs^2$$

f：各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y / f)\} / n$$

Σy^2：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

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

$$n = 4(f - 1)$$

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

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

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin for Injection
注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．
本品は定量するとき，表示されたヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位の 80 ～ 125 % を含む．

製　法　本品は「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

pH〈*2.54*〉　生理食塩液 1 mL 中に本品 2 mg を含むように調製した液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1g，減圧，酸化リン（V），4時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03 EU/単位未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，M を表示量とせず，平均含量として判定値を計算する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率 = antilog M

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

生理食塩液

Isotonic Sodium Chloride Solution
0.9 % 塩化ナトリウム注射液
等張塩化ナトリウム注射液
等張食塩液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，塩化ナトリウム（NaCl：58.44）0.85 ～ 0.95 w/v% を含む．

製　法

塩化ナトリウム	9　g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．
本品には保存剤を加えない．

性　状　本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

確認試験　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　4.5 ～ 8.0

純度試験
（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 100 mL を水浴上で濃縮して約 40 mL とし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.3 ppm 以下）．
（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 20 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（0.1 ppm 以下）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 20 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

貯　法　容　　器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

石油ベンジン
Petroleum Benzin

本品は石油から得た低沸点の炭化水素類の混合物である．

性　状　本品は無色澄明の揮発性の液で，蛍光がなく，特異なにおいがある．

本品はエタノール（99.5）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は極めて引火しやすい．

比重　d_{20}^{20}：0.65 ～ 0.71

純度試験

（1）　酸　本品 10 mL に水 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置する．分離した水層は潤した青色リトマス紙を赤変しない．

（2）　イオウ化合物又は還元性物質　本品 10 mL にアンモニア・エタノール試液 2.5 mL 及び硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加え，光を避け，約 50 ℃ で 5 分間加温するとき，液は褐色を呈しない．

（3）　油脂又はイオウ化合物　加温ガラス板上に無臭のろ紙を置き，これに本品 10 mL を少量ずつ滴下し，揮散させるとき，しみを残さず，また，異臭を発しない．

（4）　ベンゼン　本品 5 滴に硫酸 2 mL 及び硝酸 0.5 mL を加え，約 10 分間加温した後，30 分間放置し，次に磁製皿に移し，水で薄めるとき，ニトロベンゼンのにおいを発しない．

（5）　蒸発残留物　本品 140 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 1 mg 以下である．

（6）　硫酸呈色物　本品 5 mL をネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜて放置するとき，硫酸層の色は色の比較液 A より濃くない．

蒸留試験〈*2.57*〉　50 ～ 80 ℃，90 vol% 以上．

貯　法

保存条件　火気を避け，30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セタノール
Cetanol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてセタノール（$C_{16}H_{34}O$：242.44）からなる．

性　状　本品は白色の薄片状，粒状又は塊状のろうよう物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はピリジンに極めて溶けやすく，エタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融　点〈*1.13*〉　47 ～ 53 ℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約 17 mm，高さ約 170 mm の試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約 25 mm になるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水に入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より 5 ℃ 低い温度に達したとき，1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸　価〈*1.13*〉　1.0 以下．

エステル価〈*1.13*〉　2.0 以下．

水酸基価〈*1.13*〉　210 ～ 232

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0 以下．

純度試験

（1）　溶状　本品 3.0 g をエタノール（99.5）25 mL に加温して溶かすとき，液は澄明である．

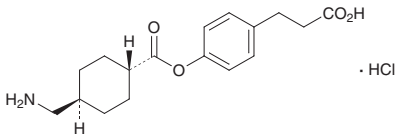
（2）　アルカリ　（1）の液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　**容　　器**　密閉容器．

セトラキサート塩酸塩
Cetraxate Hydrochloride

塩酸セトラキサート



$C_{17}H_{23}NO_4$・HCl：341.83

3-{4-[*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexylcarbonyloxy]-phenyl}propanoic acid monohydrochloride ［*27724-96-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，セトラキサート塩酸塩（$C_{17}H_{23}NO_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 236 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.5 g を水/2-プロパノール混液（1：1）5 mL に加温して溶かし，25 ℃ 以下に冷却し，析出する結晶をろ過する．得られた結晶を減圧下で 4 時間乾燥後，更に 105 ℃ で 1 時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(10 ppm 以下).

(2) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 5) を用いる (2 ppm 以下).

(3) シス体 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセトラキサートの保持時間の 1.3 ～ 1.6 倍の保持時間のピークの面積は，標準溶液のセトラキサートのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液混液 (15：10：4) に酢酸 (31) を加えて pH を 6.0 に調整する.

流量：セトラキサートの保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：本品 0.02 g 及びフェノール 0.01 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL をとり，水を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セトラキサート，フェノールの順に溶出し，その分離度は 5 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セトラキサートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である.

(4) 3-(*p*-ヒドロキシフェニル) プロピオン酸 本品 0.10 g に内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．別に 3-(*p*-ヒドロキシフェニル) プロピオン酸 25 mg をメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する 3-(*p*-ヒドロキシフェニル) プロピオン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない.

内標準溶液 カフェインのメタノール溶液 (1 → 4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液混液 (15：5：2) に酢酸 (31) を加えて pH を 5.5 に調整する.

流量：3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持時間が約 7 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する 3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/酢酸 (100) 混液 (20：4：3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (0.5 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

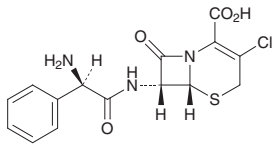
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液で pH 7.0 ～ 7.5 に調整する．この液にホルムアルデヒド液 10 mL を加え，約 5 分間かき混ぜた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で約 20 分をかけて滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 34.18 mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器.

セファクロル

Cefaclor



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81

(6*R*,7*R*)−7−[(2*R*)−2−Amino−2−phenylacetylamino]−3−chloro−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylic acid ［*53994−73−3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，*N*, *N*−ジメチルホルムアミド又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品 40 mg に核磁気共鳴スペクトル測定用重水 0.5 mL 及び核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸 1 滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用 3−トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.7 ppm 付近に AB 型四重線のシグナル A を，δ 7.6 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 2：5 である．

（4）本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋105 ～ ＋120°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 10 mL に懸濁して検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液 20 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．試料溶液のセファクロル以外のピーク面積は標準溶液のセファクロルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のセファクロル以外のピーク面積の合計は標準溶液のセファクロルのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 4.0 に調整し，移動相 A とする．

移動相 B：移動相 A 550 mL に，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL を加えて，移動相 B とする．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	95 → 75	5 → 25
30 ～ 45	75 → 0	25 → 100
45 ～ 55	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファクロルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積及び保持時間の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　6.5 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びセファクロル標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（3 → 500）を加えて pH を 3.4 に調整する．この液 940 mL にアセトニトリル 60 mL を加える．
流量：セファクロルの保持時間が約 7 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

セファクロルカプセル
Cefaclor Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～110.0 % に対応するセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81）を含む．

製　法　本品は「セファクロル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファクロル」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品 20 mg を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セファクロル」約 0.25 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.5 % 以下である．また，類縁物質の合計量は 2.5 % 以下である．必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 μL につき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_{Ti} / A_S) \times (W_M / C) \times (25 / 2)$

類縁物質の合計量（%）
$= (W_S / W_T) \times (\Sigma A_{Tn} / A_S) \times (W_M / C) \times (25 / 2)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg (力価)］
W_T：本品の内容物の秤取量（mg）
W_M：1 カプセル中の平均内容物質量（mg）
A_{Ti}：試料溶液のセファクロル及び溶媒由来のピーク以外の個々のピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1 カプセル中の「セファクロル」の表示量［mg (力価)］

試験条件
「セファクロル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能及びシステムの再現性は，「セファクロル」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

水　分〈2.48〉　8.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．
本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50　回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファ

クロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
C：1 カプセル中の「セファクロル」の表示量［mg（力価）］

定 量 法 本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セファクロル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．この上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液 4–アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

セファクロル複合顆粒
Cefaclor Compound Granules

本品は 1 包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ 90.0 ～ 110.0 % に対応するセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81）を含む．

製 法 本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験 本品の表示全力価に従い「セファクロル」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品 20 mg を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品 5 包以上をとり，内容物を取り出し，少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 2 mg（力価）を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.6 % 以下である．また，類縁物質の合計量は 2.8 % 以下である．必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 50 μL につき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量（%）
$= W_S \times (A_{Ti} / A_S) \times \{V / (C \times T)\} \times (1 / 10)$

類縁物質の合計量（%）
$= W_S \times (\Sigma A_{Tn} / A_S) \times \{V / (C \times T)\} \times (1 / 10)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
A_{Ti}：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1 包中の「セファクロル」の表示全力価［mg（力価）］
T：採取包数（包）

試験条件
「セファクロル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 50 μL から得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分 〈2.48〉 5.5 % 以下（0.3 g，容量滴定法，逆滴定）．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

（1） 全力価　本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 10 分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 3.8 mg（力価）を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 15)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

（2） 胃溶性顆粒の力価　本品 1 包をとり，その内容物の全量を pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 5 分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 1.5 mg（力価）を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 7 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 35)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

溶 出 性 〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように溶出試験第 1 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 1 液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 35 ～ 45 % である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示力価に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
C：1 包中の「セファクロル」の表示全力価［mg（力価）］

また，本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とし，37 ℃ で 60 分間加温する．この液 2 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.01 mol/L 塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示力価に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
C：1 包中の「セファクロル」の表示全力価［mg（力価）］

粒　度 〈6.03〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） 全力価　本品 5 包以上をとり，内容物を取り出し，少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 10 分間激しく振り混ぜ，正確に希釈し，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 5 mg（力価）を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量

り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4–アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

（2）胃溶性顆粒の力価　本品 5 包以上をとり，内容物を取り出し，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液約 100 mL を加えて 5 分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 2 mg（力価）を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4–アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

セファクロル細粒
Cefaclor Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81）を含む．

製　法　本品は「セファクロル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファクロル」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品 20 mg（力価）を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セファクロル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，類縁物質の量を求めるとき，試料溶液の個々の類縁物質はそれぞれ 0.5 % 以下である．また，類縁物質の合計は 3.0 % 以下である．必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 50 μL につき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 5$

類縁物質の合計（%）
$= (W_S / W_T) \times (\Sigma A_T / A_S) \times (1 / C) \times 5$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
W_T：本品の秤取量（g）
A_T：試料溶液のセファクロル及び溶媒のピーク以外の各ピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1 g 中のセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示量［mg（力価）］

試験条件
「セファクロル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 50 μL から得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　1.5 % 以下（1 g，容量滴定法，逆滴定）．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品の表示量に従い「セファクロル」約 0.25 g（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示力価に対する溶出率（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
W_T：本品の秤取量（g）
C：1 g 中のセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示量［mg（力価）］

粒 度〈6.03〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セファクロル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．この上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

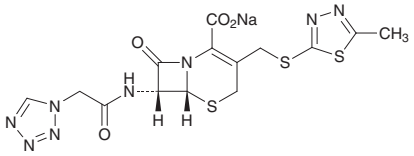
W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$：476.49
Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*27164-46-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 2.7 ppm 付近及び δ 9.3 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 3：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－19 ～ －23°（脱水物に換算したもの 2.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ～ 6.3 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.35 以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10 分以内に行う．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過

酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピーク以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ 1.5 % 以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は 2.5 % 以下である．ただし，セファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数 1.43 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：セファゾリン標準品約 80 mg をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 2.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセファゾリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファゾリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 *p*-アセトアニシジドのpH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（11 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.27 g 及びクエン酸一水和物 0.47 g を水に溶かして 935 mL とし，この液にアセトニトリル 65 mL を加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

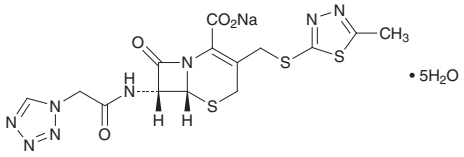
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セファゾリンナトリウム水和物

Cefazolin Sodium Hydrate



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$：566.57

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate ［*115850-11-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 270 ～ 274 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1761 cm^{-1}，1667 cm^{-1}，1599 cm^{-1}，1540 cm^{-1} 及び 1389 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 2.7 ppm 付近及び δ 9.3 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：

B はほぼ 3：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（272 nm）：272 ～ 292（脱水物に換算したもの 80 mg，水，5000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉 〔α〕$^{20}_{D}$：−20 ～ −25°（脱水物に換算したもの 2.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ～ 6.3 である．

純度試験

（1） 溶状　別に規定する．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素　別に規定する．

（4） 類縁物質　別に規定する．

（5） 残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉 13.7 ～ 16.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.10 EU/mg（力価）未満．

定 量 法 本品及びセファゾリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファゾリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*p*−アセトアニシジドの pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（11 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.27 g 及びクエン酸一水和物 0.47 g を水に溶かして 935 mL とし，この液にアセトニトリル 65 mL を加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

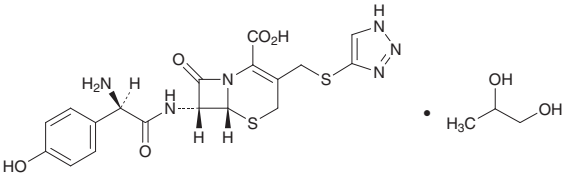
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate



$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$：538.60

(6*R*,7*R*)−7−[(2*R*)−2−Amino−2−(4−hydroxyphenyl)acetylamino]−8−oxo−3−[2−(1*H*−1,2,3−triazol−4−yl)sulfanylmethyl]−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylic acid monopropane−1,2−diolate（1/1）

［*51627−14−6*，セファトリジン］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 840 ～ 876 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファトリジン（$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水/核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液（3：1）溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3−トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム−d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.2 ppm 付近に二重線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 7.5 ppm 付近に二重線のシグナル C を，δ 8.3 ppm 付近に単一線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：2：2：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉 〔α〕$^{20}_{D}$：+52 ～ +58°（脱水物に換算したもの 2.5 g，1 mol/L 塩酸試液，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 25）を用いる．

（3） 類縁物質 本品 25 mg を水 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセファトリジンプロピレングリコール標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 500 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファトリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セファトリジン（$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（17 → 12500）/メタノール混液（17：3）

流量：セファトリジンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

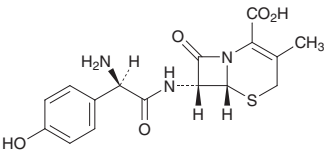
システムの性能：セファドロキシル約 5 mg（力価）及びセファトリジンプロピレングリコール約 10 mg（力価）を水 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セファドロキシル

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*50370-12-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファドロキシル（$C_{16}H_{17}N_3O_5S$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファドロキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水/核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液（3：1）溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 7.5 ppm 付近に二重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋164 ～ ＋182°（脱水物に換算したもの 0.6 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.1 g をエタノール（99.5）/水/薄めた塩酸（1 → 5）混液（75：22：3）4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）/水/薄めた塩酸（1 → 5）混液（75：22：3）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につ

き，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/エタノール（99.5）/ギ酸混液（14：5：5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 4.2 ～ 6.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセファドロキシル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 500 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファドロキシルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セファドロキシル（$C_{16}H_{17}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セファドロキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（17 → 12500）/メタノール混液（17：3）

流量：セファドロキシルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

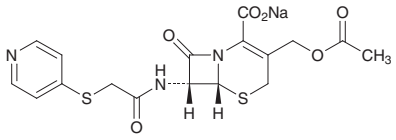
システムの性能：セファドロキシル約 5 mg（力価）及びセファトリジンプロピレングリコール約 10 mg（力価）を水 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファドロキシルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セファピリンナトリウム

Cefapirin Sodium



$C_{17}H_{16}N_3NaO_6S_2$：445.45

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(pyridin-4-ylsulfanyl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*24356-60-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 865 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セファピリン（$C_{17}H_{17}N_3O_6S_2$：423.46）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，アセトンにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファピリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 2.2 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 7.3 ppm 付近及び δ 8.3 ppm 付近にそれぞれ多重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋157 ～ ＋175°（脱水物に換算したもの 2 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 25）を用いる．

（3） 類縁物質 本品 0.1 g をアセトン/水混液（3：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量

り，アセトン/水混液（3：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸（100）混液（5：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉　2.0 % 以下（0.7 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセファピリンナトリウム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファピリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファピリン（$C_{17}H_{17}N_3O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

W_S：セファピリンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　バニリン溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（93：7）

流量：セファピリンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

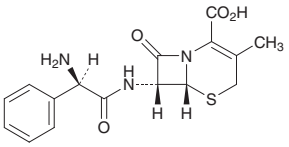
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファピリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファピリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　密封容器．

セファレキシン

Cefalexin



$C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid ［*15686-71-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファレキシン（$C_{16}H_{17}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）又は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 200）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.8 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 7.5 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 3：5 である．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+144 ～ +158°（脱水物に換算したもの 0.125 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に懸濁して検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品約 25 mg をリン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）に溶かして 5 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．必要ならばリン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）20 μL につき同様に操作し，リン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）に

よるベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファレキシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積より大きくない．また，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の 1/50 より大きいセファレキシン以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積の 5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を水 1000 mL に溶かし，トリエチルアミン 15 mL を加え，リン酸を加えて pH 2.5 に調整する．

移動相 B：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を水 300 mL に溶かし，トリエチルアミン 15 mL を加え，リン酸を加えて pH 2.5 に調整する．この液に，アセトニトリル 350 mL 及びメタノール 350 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 1	100	0
1 ～ 34.5	100 → 0	0 → 100
34.5 ～ 35.5	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファレキシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たセファレキシンのピーク面積が，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の 1.8 ～ 2.2 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファレキシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 150000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファレキシンの保持時間及びピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉 8.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法 本品及びセファレキシン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 4.5の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファレキシン（$C_{16}H_{17}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファレキシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 1500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（3 → 500）を加えて pH 3.0 に調整する．この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

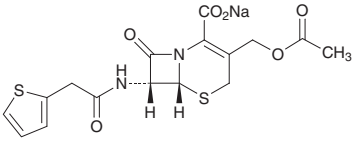
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

セファロチンナトリウム

Cefalotin Sodium



$C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$：418.42

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(thiophen-2-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*58-71-9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 910 ～ 980 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファロチン（$C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$：396.44）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 3.9 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を，δ 7.0 ppm 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋124 ～ ＋134°（5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 定量法の標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．定量法の試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファロチン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL から得たセファロチンのピーク面積が，標準溶液のセファロチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液を，90 ℃ の水浴中で 10 分間加熱後，冷却する．この液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約 0.5 のピークとセファロチンの分離度は 9 以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は 1.8 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法 本品及びセファロチンナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファロチンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

セファロチン（$C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セファロチンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 17 g を水 790 mL に溶かした液に，酢酸（100） 0.6 mL を加える．必要ならば，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は酢酸（100）を加え，pH 5.9±0.1 に調整する．この液に，アセトニトリル 150 mL 及びエタノール（95） 70 mL を加える．

流量：セファロチンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

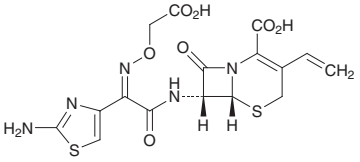
システムの性能：標準溶液を，90 ℃ の水浴中で 10 分間加熱後，冷却する．この液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約 0.5 のピークとセファロチンの分離度は 9 以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は 1.8 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セフィキシム

Cefixime



$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45

(6*R*, 7*R*)−7−[(*Z*)−2−(2−Aminothiazol−4−yl)−2−(carboxymethoxyimino)acetylamino]−8−oxo−3−vinyl−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylic acid

[*79350−37−1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフィキシム（$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフィキシム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液（4：1）0.5 mL に溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 4.7 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 6.5 ～ 7.4 ppm 付近に多重線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−75 ～ −88°（脱水物に換算したもの 0.45 g，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 50），50 mL，100 mm）．

純度試験　本品 0.1 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフィキシム以外のそれぞれのピークの量は 1.0 % 以下であり，セフィキシム以外のピークの量の合計は 2.5 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフィキシムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフィキシムのピーク高さが，20 ～ 60 mm になることを確認する．

システムの性能：セフィキシム標準品約 2 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 200 mL に溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　9.0 ～ 12.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びセフィキシム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフィキシム（$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフィキシム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 125 mm のステンレス管に 4 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液（10 → 13）25 mL に水を加えて 1000 mL とし，この液に薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 6.5 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：セフィキシムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフィキシムのピー

ク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

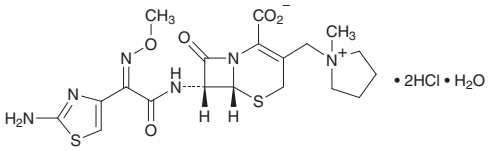
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフェピム塩酸塩水和物

Cefepime Dihydrochloride Hydrate

塩酸セフェピム



$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$：571.50

(6*R*,7*R*)−7−[(*Z*)−2−(2−Aminothiazol−4−yl)−2−(methoxyimino)acetylamino]−3−(1−methylpyrrolidinium−1−ylmethyl)−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylate dihydrochloride monohydrate

[*123171−59−5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 835 ～ 886 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，5 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3−トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム−d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 3.1 ppm 付近及び δ 7.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 3：1 である．

（5）　本品 15 mg を水 5 mL に溶かし，硝酸銀試液 2 滴を加えるとき，液は白濁する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（259 nm）：310 ～ 340（脱水物に換算したもの 50 mg，水，1000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39 ～ ＋47°（脱水物に換算したもの 60 mg，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.6 ～ 2.1 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　*N*−メチルピロリジン　本品約 80 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸（2 → 3125）に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，水 30 mL を 100 mL のメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに *N*−メチルピロリジン約 0.125 g を加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，薄めた硝酸（2 → 3125）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の *N*−メチルピロリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定し，次式により本品 1 mg（力価）当たりの *N*−メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，0.5 % 以下である．ただし，試料溶液は調製後，20 分以内に試験を行う．

$$N\text{−メチルピロリジンの量（\%）} = \{(W_S \times f) / W_T\} \times (A_T / A_S) \times (1 / 250)$$

W_S：*N*−メチルピロリジンの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量［mg(力価)］

f：*N*−メチルピロリジンの純度（%）

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 4.6 mm，長さ 5 cm のプラスチック管に，1 g 当たり約 0.3 meq の交換容量を持つスルホン酸基を導入した 5 μm の液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸（2 → 3125）990 mL にアセトニトリル 10 mL を加える．

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：塩化ナトリウム溶液（3 → 1000）20 mL に *N*−メチルピロリジン 0.125 g を加え，水を加えて 100 mL とする．この液 4 mL を量り，薄めた硝酸（2 → 3125）を加えて 100 mL とする．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，*N*−メチルピロリジンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，*N*−メチルピロリジンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

（4） 類縁物質 本品約 0.1 g を量り，移動相 A に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセフェピム以外のピークの合計量を求めるとき，0.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素アンモニウム 0.57 g を水 1000 mL に溶かす．

移動相 B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 25	100 → 75	0 → 25

流量：セフェピムの保持時間が約 9.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフェピムの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL をとり，移動相 A を加えて 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL をとり，移動相 A を加えて 10 mL とし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて 10 mL とする．この液 5 μL から得たセフェピムのピーク面積が，検出確認用溶液 5 μL から得たピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は 6000 段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 3.0 ～ 4.5 %（本品約 50 mg を精密に量り，水分測定用メタノール 2 mL を正確に加えて溶かす．この液 0.5 mL を正確に量り，試験を行う．電量滴定法）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.04 EU/mg（力価）未満．

定 量 法 本品及びセフェピム塩酸塩標準品約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフェピムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液（261 → 100000）に酢酸（100）を加えて pH 3.4 に調整した後，水酸化カリウム溶液（13 → 20）を用いて pH 4.0 に調整する．この液 950 mL にアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：セフェピムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は 1500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．

注射用セフェピム塩酸塩

Cefepime Dihydrochloride for Injection

注射用塩酸セフェピム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 95.0 ～ 110.0 % に対応するセフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56）を含む．

製 法 本品は「セフェピム塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 40 mg を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて 5 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 12500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 233 ～ 237 nm 及び 255 ～ 259 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉 本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」0.5 g（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和

物」0.5 g（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明で，その液の色は色の比較液 I より濃くない．

（2） *N*–メチルピロリジン　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約 0.2 g（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸（2 → 625）に溶かして正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に，水 30 mL を 100 mL のメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに *N*–メチルピロリジン約 0.125 g を加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，薄めた硝酸（2 → 3125）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の *N*–メチルピロリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定し，次式により本品 1 mg（力価）当たりの *N*–メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，1.0 % 以下である．ただし，試料溶液は調製後，20 分以内に試験を行う．

N–メチルピロリジンの量（%）
$= \{(W_S \times f) / W_T\} \times (A_T / A_S) \times (1 / 125)$

W_S：*N*–メチルピロリジンの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量［mg(力価)］
f：*N*–メチルピロリジンの純度（%）

試験条件
「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験（3）の試験条件を準用する．
システム適合性
「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（本品約 50 mg を精密に量り，水分測定用メタノール 2 mL を正確に加えて溶かす．この液 0.5 mL を正確に量り，試験を行う．電量滴定法）．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.06 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉 第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセフェピム塩酸塩標準品約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフェピム塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

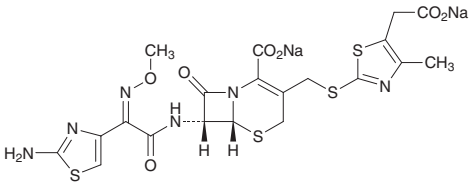
セフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

セフォジジムナトリウム

Cefodizime Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$：628.63

Disodium（6*R*,7*R*）–7–[(*Z*)–2–(2–aminothiazol–4–yl)–2–(methoxyimino)acetylamino]–3–[(5–carboxylatomethyl–4–methylthiazol–2–yl)sulfanylmethyl]–8–oxo–5–thia–1–azabicyclo[4.2.0]oct–2–ene–2–carboxylate　[*86329–79–5*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物 1 mg 当たり 890 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォジジム（$C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$：584.67）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3–トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.3 ppm 付近，δ 4.0 ppm 付近及び δ 7.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−56 ～ −62°（脱水及び脱エタノール物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をるつぼに量り，ゆるく

ふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硫酸 2 mL を加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 30 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフォジジム以外の各々のピークのピーク面積は，標準溶液のセフォジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフォジジム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフォジジムのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォジジムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たセフォジジムのピーク面積が，標準溶液のセフォジジムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

（5） エタノール 本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にガスクロマトグラフィー用エタノール約 2 g を精密に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定する．次式によりエタノールの量を求めるとき，2.0 % 以下である．

エタノールの量（%）$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 1-プロパノール溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2 mm，長さ 3 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーに 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフォジジムナトリウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォジジム（$C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォジジムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 無水カフェイン溶液（3 → 400）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 0.80 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.20 g を水に溶かし，アセトニトリル 80 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：セフォジジムの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォジジム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

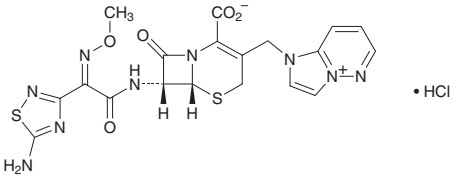
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 **容 器** 気密容器．

セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride

塩酸セフォゾプラン



$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$・HCl：551.99

(6*R*,7*R*)−7−[(*Z*)−2−(5−Amino−1,2,4−thiadiazol−3−yl)−2−(methoxyimino)acetylamino]−3−(1*H*−imidazo[1,2−*b*]pyridazin−4−ium−1−ylmethyl)−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylate monohydrochloride

[*113359−04−9*, セフォゾプラン]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 860 ～ 960 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシド又はホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，5 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品の塩化ナトリウム試液/メタノール混液（3：2）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフォゾプラン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.9 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 5.2 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 8.0 ppm 付近に四重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

（4）　本品 0.01 gをとり，水 1 mL 及び酢酸（100）2 mL を加えて溶かし，硝酸銀試液 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は白濁する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（238 nm）：455 ～ 485（脱水物に換算したもの 50 mg，塩化ナトリウム試液/メタノール混液（3：2），5000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−73 ～ −78°（脱水物に換算したもの 0.1 g，塩化ナトリウム試液/メタノール混液（3：2），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg（力価）未満．

定 量 法　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2,4−ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液（1 → 1250）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 0.366 g をとり，水を加えて混和し，1000 mL とする．この液にアセトニトリル 60 mL 及び酢酸（100）5 mL を加える．

流量：セフォゾプランの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォゾプラン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

注射用セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォゾプラン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するセフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53）を含む．

製　法　本品は「セフォゾプラン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は，白色～淡黄色の粉末又は塊である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 236 ～ 241 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品 50 mg をとり，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド 0.8 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.9 ppm 付近に単一線のシグナル A，δ 5.0 ppm 付近に二重線のシグナル B 及び δ 8.0 ppm 付近に四重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 9.0 である．

純度試験

（1）溶状　本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」1 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液 N より濃くない．

（2）　類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」約 0.5 g（力価）に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別にセフォゾプラン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．以下「セフォゾプラン塩酸塩」の定量法を準用する．

セフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10$

W_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2,4–ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液（1 → 1250）

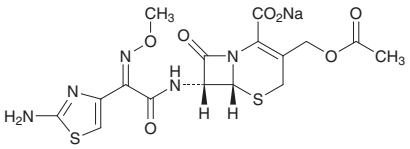
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品はポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォタキシムナトリウム

Cefotaxime Sodium



$C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$：477.45

Monosodium（6*R*,7*R*）–3–acetoxymethyl–7–[(*Z*)–2–(2–aminothiazol–4–yl)–2–(methoxyimino)acetylamino]–8–oxo–5–thia–1–azabicyclo[4.2.0]oct–2–ene–2–carboxylate

[*64485–93–4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 916 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォタキシム（$C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$：455.47）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 2 mg に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1→125）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3–トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.1 ppm 付近，δ 4.0 ppm 付近及び δ 7.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋58 ～ ＋64°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は

4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，よく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　定量法で得た試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフォタキシム以外のそれぞれのピークの量は 1.0 % 以下であり，セフォタキシム以外のピークの合計は 3.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相 A，移動相 B，移動相の送液，流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォタキシムの保持時間の約 3.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 20 mL とした液 10 μL から得たセフォタキシムのピーク面積が，標準溶液のセフォタキシムのピーク面積の 0.15 ～ 0.25 % になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品及びセフォタキシム標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相 A に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフォタキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

セフォタキシム（$C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフォタキシム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えて pH を 6.25 に調整し，この液 860 mL にメタノール 140 mL を加える．

移動相 B：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えて pH を 6.25 に調整し，この液 600 mL にメタノール 400 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 7	100	0
7 ～ 9	100 → 80	0 → 20
9 ～ 16	80	20
16 ～ 45	80 → 0	20 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：毎分約 1.3 mL　セフォタキシムの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 mL に水 7.0 mL 及びメタノール 2.0 mL を加えて振り混ぜる．この液に炭酸ナトリウム十水和物 25 mg を加えて振り混ぜ，室温で 10 分間放置した後，酢酸（100）3 滴及び標準溶液 1 mL を加えて振り混ぜる．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォタキシムに対する相対保持時間約 0.3 のデスアセチルセフォタキシム，セフォタキシムの順に溶出し，その分離度は 20 以上であり，セフォタキシムのピークのシンメトリー係数は 2 以下である．

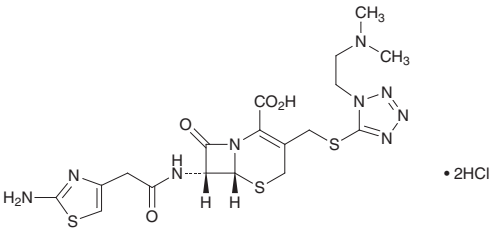
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォタキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride

塩酸セフォチアム



$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$・2HCl：598.55

(6*R*,7*R*)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrochloride　[*66309-69-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 810 ～ 890 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63）としての量を質量（力価）で

示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．本品は水，メタノール又はホルムアミドに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.1 ppm 付近及び δ 6.7 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 6：1 である．

（4）　本品 0.1 g をとり，希硝酸 5 mL に溶かし，直ちに硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+60 ～ +72°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.2 ～ 1.7 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，硫酸 1 mL を加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 2 mL を加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加して pH 3 ～ 4 に調整し，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液として試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL をとり，検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉　7.0 % 以下（0.25 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法　本品及びセフォチアム塩酸塩標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフォチアムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 125 mm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 800 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて pH を 7.7 に調整する．この液 440 mL にアセトニトリル 60 mL を加える．

流量：セフォチアムの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：オルシン 0.04 g を標準溶液 10 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密封容器．

注射用セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォチアム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63）を含む．

製　法　本品は「セフォチアム塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.7 ～ 3.0 ppm 及び δ 6.5 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 6：1 である．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 5.7 ～ 7.2 である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」1.0 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，溶解 10 分後に紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.20 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　6.0 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.125 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフォチアム塩酸塩」の定量法を準用する．

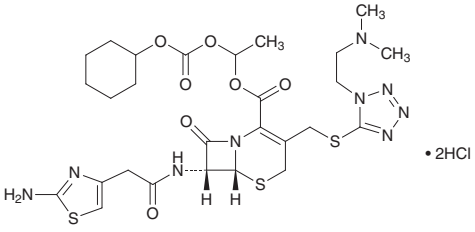
セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$）の量［μg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

貯 法 容 器　密封容器．本品はポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩

Cefotiam Hexetil Hydrochloride
塩酸セフォチアムヘキセチル
セフォチアムヘキセチル塩酸塩



$C_{27}H_{37}N_9O_7S_3 \cdot 2\ HCl$：768.76
(1*RS*)−1−Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*,7*R*)−7−[2−(2−aminothiazol−4−yl)acetylamino]−3−[1−(2−dimethylaminoethyl)−1*H*−tetrazol−5−ylsulfanylmethyl]−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylate dihydrochloride　[*95789−30−3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 615 ～ 690 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジメチルスルホキシドに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.8 ppm 付近及び δ 6.6 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を，δ 6.9 ppm 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 6：1：1 である．

（3）　本品の水溶液（1 → 200）に希硝酸 2 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+52 ～ +60°（脱水物に換算したもの 0.1 g，0.1 mol/L 塩酸試液，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる（1 ppm 以下）．

（3）　類縁物質 1　本品約 50 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約 50 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，試料溶液のセフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約 1.2 の類縁物質は 2.0 % 以下であり，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約 1.2 の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ 0.5 % 以下である．ただし，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約 1.2 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.78 を乗じた値とする．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）× 5

W_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のセフォチアムヘキセチルの 2 つのピーク面積の合計
A_T：試料溶液の類縁物質のピーク面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相 A：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 2)/アセトニトリル/酢酸（100）混液（72：28：1）
移動相 B：アセトニトリル/薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 2)/酢酸（100）混液（60：40：1）
移動相の送液：移動相 A から移動相 B の混合比が，30 分間で 1：0 から 0：1 に直線的に変化するように設定する．
流量：毎分 0.7 mL
面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムヘキセチルの 2 つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たセフォチアムヘキセチルの 2 つのピークのそれぞれの面積が，標準溶液から得たそれぞれのピークの 1.6 ～ 2.4 % になることを確認する．
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークの分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークの面積の和の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 類縁物質 2　本品約 20 mg を精密に量り，メタノール 2 mL に溶かした後，リン酸水素二アンモニウム溶液（79 → 20000)/酢酸（100）混液（200：3）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，セフォチアムに対する相対保持時間約 0.1 及び約 0.9 の類縁物質は 1.0 % 以下であり，セフォチアム及びセフォチアムに対する相対保持時間約 0.1 及び約 0.9 の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ 0.5 % 以下である．ただし，セフォチアムに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.76 を乗じた値とする．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）× 4

W_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のセフォチアムのピーク面積
A_T：試料溶液の個々のピーク面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液（79 → 20000)/メタノール/酢酸（100）混液（200：10：3）
流量：セフォチアムの保持時間が約 15 分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムの保持時間の約 2 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得られたセフォチアムのピーク面積が標準溶液から得たセフォチアムのピーク面積の 1.6 ～ 2.4 % になることを確認する．
システムの性能：アセトアミノフェンの移動相溶液（1 → 50000）1 mL に標準溶液 3 mL を加えてよく混和する．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 総類縁物質　類縁物質 1 及び類縁物質 2 で求めた類縁物質の量の合計は 6.5 % 以下である．

水　分 〈2.48〉 3.5 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　定量法で得た試料溶液 20 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間 10 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$ は 0.45 ～ 0.55 である．

定 量 法　本品及びセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準

溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．ただし，保持時間約 10 分に近接して現れる 2 つのピーク面積の和をセフォチアムヘキセチルのピーク面積とする．

セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　安息香酸の薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）溶液（7 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 2)/アセトニトリル/酢酸（100）混液（72：28：1）

流量：セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

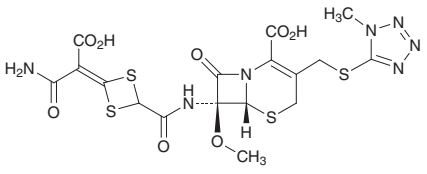
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォチアムヘキセチルの順に溶出し，セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セフォテタン

Cefotetan



$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$：575.62

(6*R*,7*R*)-7-{[4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-dithietane-2-carbonyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*69712-56-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォテタン（$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の pH 6.5 の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品 50 mg を炭酸水素ナトリウムの核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 25）0.5 mL に溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.6 ppm 付近，δ 4.0 ppm 付近，δ 5.1 ppm 付近及び δ 5.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B，C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：3：1：1 である．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+112 ～ +124°（脱水物に換算したもの 0.5 g，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 200），50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 30）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)．

（3）　類縁物質　本品約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールをデシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥し，その約 3 mg 及び脱水物に換算したセフォテタン標準品約 2 mg をそれぞれ精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_{Ta}，セフォテタンに対する相対保持時間約 0.5 に溶出するセフォテタンラクトンのピーク面積の比 Q_{Tb}，相対保持時間約 1.2 に溶出する Δ_2-セフォテタンのピーク面積の比 Q_{Tc}，相対保持時間約 1.3 に溶出するイソチアゾール体のピーク面積の比 Q_{Td}，その他の個々の類縁物質のピーク面積の比 Q_{Te} 及びその他の類縁物質のピーク面積の合計の比 Q_{Tf}，標準溶液の内

標準物質のピーク面積に対する 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及びセフォテタンのピーク面積の比 Q_{Sb} を求める．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールは 0.3 % 以下，セフォテタンラクトンは 0.3 % 以下，Δ_2-セフォテタンは 0.5 % 以下，イソチアゾール体は 0.5 % 以下，その他の個々の類縁物質は 0.2 % 以下及びその他の類縁物質の合計は 0.4 % 以下である．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量（%）
$= (W_{Sa} / W_T) \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 100)$

セフォテタンラクトンの量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

Δ_2-セフォテタンの量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Tc} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

イソチアゾール体の量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Td} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

その他の個々の類縁物質の量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Te} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

その他の類縁物質の合計（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Tf} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

W_{Sa}：1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）
W_{Sb}：脱水物に換算したセフォテタン標準品の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　無水カフェインのメタノール溶液（3 → 10000）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：セフォテタンの保持時間の約 3.5 倍の範囲
システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液 15 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 μL から得たセフォテタンのピーク面積が，標準溶液のセフォテタンのピーク面積の 12 ～ 18 % になることを確認する．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，保持時間 40 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク（*l* 体）及び保持時間の大きい方のピーク（*d* 体）の面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により *l* 体の量を求めるとき，35 ～ 45 % である．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/水/硫酸水素テトラブチルアンモニウムのアセトニトリル溶液（1 → 150）混液（9：9：2）．
流量：*l* 体の保持時間が約 40 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，*l* 体，*d* 体の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*l* 体のピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

定 量 法　本品及びセフォテタン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.5 の抗生物質用リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 15 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 6.5 の抗生物質用リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォテタン（$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォテタン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　無水カフェイン溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸　11.53 g を水 1000 mL に溶かす．この液 850 mL にアセトニトリル 50 mL，酢酸（100）50 mL 及びメタノール 50 mL を加える．
流量：セフォテタンの保持時間が約 17 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォテタンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク

面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

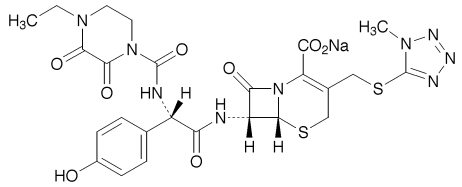
貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セフォペラゾンナトリウム

Cefoperazone Sodium



$C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$：667.65

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*62893-20-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 871 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォペラゾン（$C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

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

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.2 ppm 付近に三重線のシグナル A を，δ 6.8 付近及び δ 7.3 ppm 付近にそれぞれ一対の二重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−15 ～ −25°（1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 4 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.1 g を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の 50 倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，保持時間約 8 分の類縁物質Ⅰは 5.0 % 以下であり，保持時間約 17 分の類縁物質Ⅱは 1.5 % 以下である．また，類縁物質の合計量は 7.0 % 以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅡのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 0.90 及び 0.75 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，この液 25 μL から得たセフォペラゾンのピーク面積が，標準溶液の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にセフォペラゾン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 5 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォペラゾン（$C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォペラゾン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの水/アセトニトリル混液（43：7）溶液（3 → 8000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸（100）57 mL 及びトリエチルアミン 139 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．この液 20 mL に水 835 mL，アセトニトリル 140 mL 及び希酢酸 5 mL を加える．

流量：セフォペラゾンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォペラゾンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　冷所で保存する．

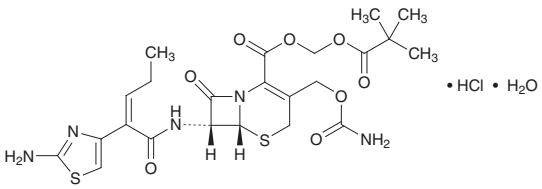
容　　器　密封容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate

塩酸セフカペン　ピボキシル

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物



$C_{23}H_{29}N_5O_8S_2$・HCl・H_2O：622.11

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)pent-2-enoylamino]-3-carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate

[*147816-24-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 722 ～ 764 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフカペンピボキシル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール溶液（1 → 50）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 6.3 ppm 付近に三重線のシグナル A を，δ 6.7 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

（3）　本品 10 mg を水/メタノール混液（1：1）2 mL に溶かし，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（265 nm）：255 ～ 285（脱水物に換算したもの 30 mg，pH 5.5 の酢酸塩緩衝液/メタノール混液（1：1），2000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+51 ～ +54°（脱水物に換算したもの 0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質 I　本品約 10 mg（力価）に対応する量をメタノール 2 mL に溶かし，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/メタノール混液（1：1）30 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約 1.5 及び約 1.7 のピークはそれぞれ 0.2 % 以下，その他の個々のピークは 0.1 % 以下であり，ピークの合計は 1.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素カリウム 5.99 g を水に溶かし，1100 mL とする．この液に，臭化テトラ *n*-ペンチルアンモニウム 1.89 g をメタノールに溶かして 1000 mL とした液を加える．

移動相 B：メタノール/水混液（22：3）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 20	98	2
20 ～ 40	98 → 50	2 → 50
40 ～ 50	50	50

流量：毎分 0.8 mL

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とし，この液 30 μL から得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 10 mg をメタノール 25 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL をとり，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

（3） 類縁物質Ⅱ　本品約 2 mg（力価）に対応する量を液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶かして 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 1.7 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 7.8 mm，長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：臭化リチウムの液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（13 → 5000）

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約 22 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の 20 ～ 40 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシルのピークの理論段数は 12000 段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　2.8 ～ 3.7 %（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 3.0 mm，長さ 7.5 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g 及び 1-デカンスルホン酸ナトリウム 1.22 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL 及びメタノール 100 mL を加える．

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 0.2 g をメタノール 10 mL に溶かし，60 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．冷後，この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，セフカペンピボキシルトランス体，内標準物質の順に溶出し，セフカペンピボキシルの保持時間に対するセフカペンピボキシルトランス体及び内標準物質の保持時間の比は，それぞれ約 1.7 及び約 2.0 であり，また，セフカペンピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules
塩酸セフカペン　ピボキシル細粒
セフカペンピボキシル塩酸塩細粒

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49）を含む．

製　法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 4 mL を量りメタノールを加えて 50 mL とした後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 264 ～ 268 nm に吸収の極大を示す．

純度試験

（1）類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 1 mL を加えて振り混ぜる．水/メタノール混液（1：1）25 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/メタノール混液（1：1）30 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約 1.3 のピークは 0.4 % 以下，相対保持時間約 1.5 のセフカペンピボキシルトランス体のピークは 1.1 % 以下，その他の個々のピークは 0.3 % 以下であり，ピークの合計は 2.8 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

（2）類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2 mg（力価）に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 4.0 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈*2.48*〉　1.4 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．試料は粉砕せず，採取は相対湿度 30 % 以下で行う．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

粒　度〈*6.03*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約 0.2 g（力価）に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）100 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別にセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Tablets
塩酸セフカペン　ピボキシル錠
セフカペンピボキシル塩酸塩錠

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 105.0 % に対応するセフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49）を含む．

製　法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 4 mL を量り，メタノールを加えて 50 mL とした後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 1 mL を加えて振り混ぜる．水/メタノール混液（1：1）25 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/メタノール混液（1：1）30 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約 1.3 のピークは 0.4 % 以下，相対保持時間約 1.5 のセフカペンピボキシルトランス体のピークは 0.5 % 以下，その他の個々のピークは 0.3 % 以下であり，ピークの合計は 2.0 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

（2）　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2 mg（力価）に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 3.3 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈2.48〉　3.9 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．試料の粉砕及び秤取は相対湿度 30 % 以下で行う．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール 20 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，メタノール/水混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とし，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液から，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約 6 mg（力価）に対応する容量 *V* mL を正確に量り，内標準溶液 15 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 75 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (15 / V)$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

溶 出 性　別に規定する．

定 量 法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約 0.6 g（力価）に対応する量をとり，水 20 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール 80 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，メタノール/水混液（4：1）を加えて正確に 200 mL とし，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 15 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 75 mL とし，試料溶液とする．別に，セフカペンピボキシル塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 30$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

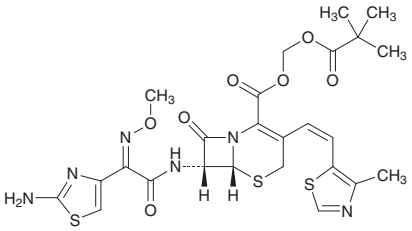
内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

貯 法 容 器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル

Cefditoren Pivoxil

セフジトレンピボキシル



$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$：620.72

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(1*Z*)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*117467-28-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 770

～ 820 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は淡黄白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品 5 mg を塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL に溶かし，5 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品 1 mg をとり，希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次に，アミド硫酸アンモニウム試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフジトレンピボキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 50）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 1.1 ppm 付近，δ 2.4 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を，δ 6.4 ppm 付近及び δ 6.7 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル D 及び E を，δ 8.6 ppm 付近に単一線のシグナル F を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D：E：F はほぼ 9：3：3：1：1：1 である．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（231 nm）：340 ～ 360（50mg，メタノール，2500 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－45 ～ －52°（50 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分　別に規定する．

定 量 法　本品及びセフジトレンピボキシル標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル 40 mL に溶かし，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，アセトニトリルを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム 1.58 g を水 900 mL に溶かし，薄めたギ酸（1 → 250）を用いて pH 6.0 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 450 mL にアセトニトリル 275 mL 及びメタノール 275 mL を加える．

流量：セフジトレンピボキシルの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフジトレンピボキシルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル細粒

Cefditoren Pivoxil Fine Granules

セフジトレンピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58）を含む．

製　法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.1 g（力価）に対応する量をとり，アセトニトリル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする．この液 1 mL にアセトニトリルを加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 230 ～ 234 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.5 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル（3 → 4）70 mL を加えて激しく振り混ぜる．この液に，内標準溶液 10 mL を正確に加え，アセトニトリルを加えて 100 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル 20 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル錠

Cefditoren Pivoxil Tablets

セフジトレンピボキシル錠

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58）を含む．

製　法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」35 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 100 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 229 ～ 233 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　4.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，崩壊試験第 1 液 12.5 mL を加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル 25 mL を加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約 20 mg（力価）に対応する容量 V mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（3 → 4）を加えて 50 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル 20 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (50 / V)$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セフジトレンピボキシル」約 11 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 22 mg（力価）を精密に量り，薄めたアセトニトリル（3 → 4）20 mL に溶かした後，溶出試験第 1 液を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 85 % 以上である．

セフジトレンピボキシル（$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］
C：1 錠中のセフジトレンピボキシル（$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$）の表示量［mg(力価)］

定 量 法　本品の表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.5 g（力価）に対応する量をとり，崩壊試験第 1 液 63 mL を加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル 125 mL を加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（3 → 4）を加えて 50 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル 20 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 25$

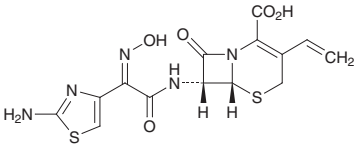
W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

貯　法　容　　器　気密容器．

セフジニル

Cefdinir



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41

(6*R*,7*R*)−7−[(*Z*)−2−(2−Aminothiazol−4−yl)−2−(hydroxyimino)acetylamino]−8−oxo−3−vinyl−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylic acid

[*91832−40−5*]

本品は定量するとき，1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶ける．

確認試験

（1）　本品及びセフジニル標準品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフジニル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフジニル標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフジニル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液（4：1）溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 5.0 ～ 6.1 ppm 及び δ 6.4 ～ 7.5 ppm にそれぞれ多重線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 2：1 である．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（287 nm）：570 ～ 610（50 mg，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，5000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−58 ～ −66°（0.25 g，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品約0.1 gをとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす．この液 3 mL を正確に量り，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，面積百分率法でセフジニルのピークに対する相対保持時間 1.5 の E−異性体のピーク面積は 0.8 % 以下であり，セフジニル以外のピークの合計面積は 3.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000 mL に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える．

移動相 B：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 500 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 300 mL 及びメタノール 200 mL を加え，更に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配を制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 2	95	5
2 ～ 22	95 → 75	5 → 25
22 ～ 32	75 → 50	25 → 50
32 ～ 37	50	50
37 ～ 38	50 → 95	50 → 5
38 ～ 58	95	5

流量：毎分 1.0 mL．この条件でセフジニルの保持時間は約 22 分である．

面積測定範囲：試料溶液注入後 40 分間

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 10 mL とし，この液 10 μL から得たセフジニルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：セフジニル標準品 0.03 g 及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン 2 mg をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 3 mL に溶かし，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4 本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 1，ピーク 2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3，ピーク 4 の順に溶出し，セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3 の相対保持時間は 1.09 以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 7000 段以上，3.0

以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセフジニル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000 mL に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える．この液 900 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 60 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：セフジニルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：セフジニル標準品 2 mg 及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン 5 mg をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，4 本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 1，ピーク 2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3，ピーク 4 の順に溶出し，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 2 とセフジニルの分離度が 1.2 以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフジニルカプセル
Cefdinir Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41）を含む．

製　法　本品は「セフジニル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフジニル」10 mg（力価）に対応する量をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え，1 分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液 2 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 221 ～ 225 nm 及び 285 ～ 289 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg カプセルでは 30 分後，100 mg カプセルでは 45 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セフジニル」約 56 μg（力価）を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 28 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg カプセルの 30 分間の溶出率は 80 % 以上及び 100 mg カプセルの 45 分間の溶出率は 75 % 以上である．

「セフジニル」の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

C：1 カプセル中のセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の表示量［mg(力価)］

試験条件

「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液　20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，必要ならば少量

のジエチルエーテルを用いてよく洗浄し，室温に放置して付着したジエチルエーテルを揮散させた後，その質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セフジニル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　気密容器．

セフジニル細粒
Cefdinir Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 107.0 % に対応するセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41）を含む．

製　法　本品は「セフジニル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セフジニル」10 mg（力価）に対応する量をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え，1 分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液 2 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 221 ～ 225 nm 及び 285 ～ 289 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品の表示量に従い「セフジニル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 28 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 75 % 以上である．

「セフジニル」の表示量に対する溶出率（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 360$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］
W_T：本品の秤取量（g）
C：1 g 中のセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の表示量［mg(力価)］

試験条件
「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフジニル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

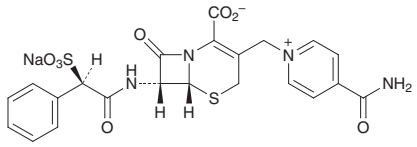
セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

セフスロジンナトリウム

Cefsulodin Sodium



$C_{22}H_{19}N_4NaO_8S_2$：554.53

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-7-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*52152-93-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフスロジン（$C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$：532.55）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}H を測定するとき，δ 7.3 ～ 7.7 ppm に多重線のシグナル A を，δ 8.4 ppm 付近及び δ 9.1 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 5：2：2 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+16.5 ～ +20.0°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 4.8 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）10 mL を加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL を加え，注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．もし，この方法で炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 6 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸 3 滴で潤し，熱湯 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．次に，アンモニア試液を滴加し，pH を 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL 及び硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）10 mL をとり，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硝酸 2 mL を加え，注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱する．冷後，残留物に塩酸 6 mL を加え，以下検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）及び塩酸 3 mL の代わりに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）及び希塩酸 15 mL を用いる（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にイソニコチン酸アミド約 20 mg 及びセフスロジンナトリウム標準品約 20 mg（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，類縁物質の量を次式により求めるとき，イソニコチン酸アミドは 1.0 % 以下，その他の類縁物質の合計は 1.2 % 以下である．

イソニコチン酸アミドの量（%）

$= (A / B_I) \times (W_I / W_T) \times 5$

その他の類縁物質の合計量（%）

$= (B / B_S) \times (W_S / W_T) \times 5$

A：試料溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B：試料溶液から得たセフスロジン及びイソニコチン酸アミド以外のピークのピーク面積の和

B_I：標準溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B_S：標準溶液から得たセフスロジンのピーク面積

W_T：本品の秤取量（g）

W_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量（g）

W_I：イソニコチン酸アミドの秤取量（g）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：A 液　硫酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトニトリル混液（97：3）

B 液　硫酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトニトリル混液（92：8）

試料注入後，14 分で A 液から B 液に切り替える．

流量：セフスロジンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフスロジンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのピーク面積が，標準溶液のイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのそれぞれのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　5.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行い，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法　本品及びセフスロジンナトリウム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフスロジンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

セフスロジン（$C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトニトリル混液（97：3）

流量：セフスロジンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニコチン酸アミド 40 mg を標準溶液 25 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

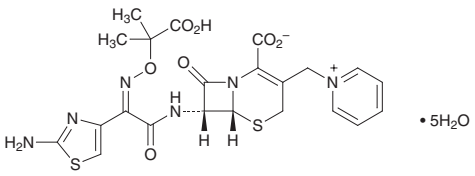
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密封容器．

セフタジジム水和物

Ceftazidime Hydrate

セフタジジム



$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$：636.65

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-1-methylethoxyimino)acetylamino]-3-(pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate　[*78439-06-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフタジジム（$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の pH 6.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフタジジム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品 0.05 g をとり，乾燥炭酸ナトリウム 5 mg を加え，核磁気共鳴スペクトル測定用重水 0.5 mL に溶かし，この液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近及び δ 6.9 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を，δ 7.9 ～ 9.2 ppm に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 6：1：5 である．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－28 ～ －34°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.5 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を，無水リン酸水素二ナトリウム 5 g 及びリン酸二水素カリウム 1 g を水に溶かして 100 mL とした液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.20 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質

（i） トリチル-*t*-ブチル体及び *t*-ブチル体 本品 0.10 g を薄めたリン酸水素二ナトリウム試液（1 → 3）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸水素二ナトリウム試液（1 → 3）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸 *n*-ブチル/酢酸（100）/pH 4.5 の酢酸塩緩衝液/1-ブタノール混液（16：16：13：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポットより上部のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（ii） その他の類縁物質 本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフタジジム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフタジジム以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の 5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 5.0 g を水 750 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.5 に調整した後，水を加えて 870 mL とする．この液にアセトニトリル 130 mL を加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフタジジムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 5 mL とする．この液 5 μL から得たセフタジジムのピーク面積が標準溶液のセフタジジムのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びアセトアニリド 0.01 g ずつを移動相 20 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，アセトアニリドの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフタジジムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 遊離ピリジン 本品約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にピリジン約 0.1 g を精密に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき，遊離ピリジンの量は 0.3 % 以下である．

遊離ピリジンの量（mg）$= W_S \times (H_T / H_S) \times (1 / 1000)$

W_S：ピリジンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 2.88 g を水 500 mL に溶かし，アセトニトリル 300 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とし，アンモニア水（28）を加えて pH を 7.0 に調整する．

流量：ピリジンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μL から得たピリジンのピーク高さが記録計フルスケールの約 50 % になることを確認する．

システムの性能：セフタジジム 5 mg をピリジンの移動相溶液（1 → 20000）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，ピリジンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピリジンのピーク高さの相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 13.0 ～ 15.0 %（0.1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定量法 本品及びセフタジジム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフタジジム（$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフタジジム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　ジメドンの pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（11 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 4.26 g 及びリン酸二水素カリウム 2.72 g を水 980 mL に溶かし，アセトニトリル 20 mL を加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフタジジムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

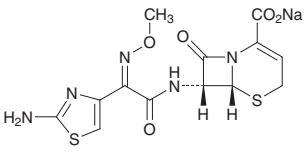
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフチゾキシムナトリウム

Ceftizoxime Sodium



$C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$：405.38

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*68401-82-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 925 ～ 965 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフチゾキシム（$C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$：383.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 63000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 4.0 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 6.3 ppm 付近に多重線のシグナル B を，δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+125 ～ +145°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.11 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフチゾキシム以外のピークの面積はセフチゾキシムのピーク面積の 0.5 % 以下であり，セフチゾキシム以外のピークの合計面積はセフチゾキシムのピーク面積の 1.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.31 g 及びクエン酸一水和物 1.42 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）又は希水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.6 に調整する．この液 200 mL にアセトニトリル 10 mL を加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフチゾキシムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，この液 5 μL から得たセフチゾキシムのピーク面積が，検出確認用溶液のセフチゾキシムのピーク面積の 7 ～ 13 % になるこ

とを確認する．

システムの性能：セフチゾキシム標準品約 10 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシムのピークの理論段数，シンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上及び 2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフチゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分 〈2.48〉 8.5 % 以下（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフチゾキシム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフチゾキシム（$C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフチゾキシム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　3-ヒドロキシ安息香酸の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（3 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.31 g 及びクエン酸一水和物 1.42 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）又は希水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.6 に調整する．この液 450 mL にアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7.0 以上であり，それぞれのピークのシンメトリー係数は 2 以下である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

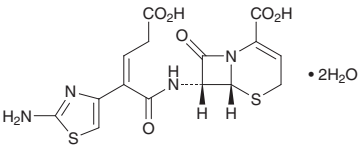
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフチブテン水和物

Ceftibuten Hydrate

セフチブテン



$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$：446.46

(6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-enoylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate ［*118081-34-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフチブテン（$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$：410.42）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により測定するとき，波数 3249 cm^{-1}，1772 cm^{-1}，1700 cm^{-1}，1651 cm^{-1} 及び 1544 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 30）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 3.2 ppm 付近及び δ 5.1 ppm 付近に二重線のシグナル A 及び B を，δ 5.8 ppm 付近に四重線のシグナル C を，δ 6.3 ppm 付近に単一線のシグナル D を示し，δ 3.2 ppm 付近のシグナルを除く各シグナルの面積強度比 B：C：D はほぼ 1：1：1 である．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（263 nm）：320 ～ 345（脱水物に換算したもの 20 mg，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，1000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+135 ～ +155°（脱水物に換算したもの 0.3 g，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　別に規定する．

水　分〈2.48〉 8.0 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ピリジン/水分測定用エチレングリコール混液（5：1）を用いる）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液約 36 mL を加え，更に内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後，振り混ぜて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．試料溶液及び標準溶液は 5 ℃ 以下に保存し，2 時間以内に使用する．

セフチブテン（$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液（3 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：263 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.005 mol/L 臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム試液/アセトニトリル混液（4：1）

流量：セフチブテンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 5 mg を 1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，室温で 4 時間放置する．この液 10 mL を量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 25 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，トランス体，セフチブテンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

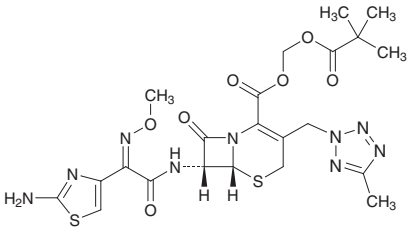
保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル

Cefteram Pivoxil

セフテラムピボキシル



$C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$：593.64

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(5-methyl-2*H*-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*82547-58-8*, セフテラム]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 743 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の 0.05 mol/L 塩酸・メタノール試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.2 ppm 付近，δ 2.5 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+35 ～ +43°（脱水物に換算したもの 0.4 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 1.25 倍より大き

くなく，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 0.25 倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 2.75 倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数 0.74 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフテラムピボキシルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たセフテラムピボキシルのピーク面積が標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフテラムピボキシルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフテラムピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.3 g，電量滴定法）．

定 量 法　本品及びセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かし，次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル（1 → 2）溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 100 mL 及びアセトニトリル 375 mL に水を加えて 1000 mL とする．

流量：セフテラムピボキシルの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフテラムピボキシルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル細粒

Cefteram Pivoxil Fine Granules

セフテラムピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49）を含む．

製　法　本品は「セフテラムピボキシル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1 g（力価）に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加えてよく振りまぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL をとり，0.05 mol/L 塩酸・メタノール試液を加えて 500 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 262 ～ 266 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1 g（力価）に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 100 mL とする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 1.75 倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 0.68 倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 3.7 倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積には 0.74 の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈2.48〉　0.3 % 以下（0.1 g（力価），電量滴定法）．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」約 0.3 g（力価）に対応する量をとり，その質量を精密に量り，内標準溶液 30 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 300 mL とする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 6$

W_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル（1 → 2）溶液（1 → 1000）

試験条件

「セフテラムピボキシル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

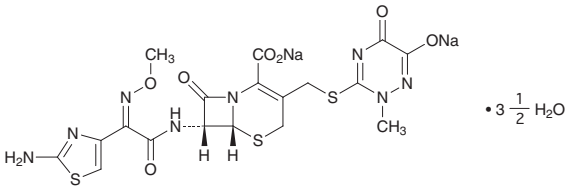
「セフテラムピボキシル」の定量法のシステム適合性を準用する．

貯 法 容 器　気密容器．

セフトリアキソンナトリウム水和物

Ceftriaxone Sodium Hydrate

セフトリアキソンナトリウム



$C_{18}H_{16}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：661.60

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-2,5-dihydro-1,2,4-triazin-3-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate hemiheptahydrate［*104376-79-6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 905 ～ 935 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフトリアキソン（$C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$：554.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフトリアキソンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.5 ppm 付近，δ 3.8 ppm 付近，δ 6.7 ppm 付近及び δ 7.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B，C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：3：1：2 である．なお，δ 3.5 ppm 付近のシグナルが水のシグナルと重なる場合は，プローブ温度を約 50 ℃に保ち，測定を行う．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：−153 ～ −170°（脱水物に換算したもの 50 mg，水，2.5 mL，20 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.6 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.6 g を水 5 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(20 ppm 以下).

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(4) 類縁物質 1 本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンに対する相対保持時間が約 0.5 の不純物 1 のピーク面積及び相対保持時間約 1.3 の不純物 2 のピーク面積は標準溶液のセフトリアキソンのピーク面積より大きくない．ただし，不純物 1 及び不純物 2 のピーク面積は自動積分法で測定した面積にそれぞれ感度係数 0.9 及び 1.2 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリン酸二水素カリウム 3.522 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，A 液とする．クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，B 液とする．臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 4.00 g を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL に溶かす．この液に水 490 mL，A 液 55 mL 及び B 液 5 mL を加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて正確に 200 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積の 0.9 ～ 1.1 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg を水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) に溶かして 5 mL とする．この液にテレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) 溶液 (9 → 5000) 5 mL を加え，更に水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて 200 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

(5) 類縁物質 2 本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンが溶出した後の不純物の各々のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．また，これらの不純物のピークの合計面積は標準溶液のピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリン酸二水素カリウム 3.522 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，A 液とする．クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，B 液とする．臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 4.00 g を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL に溶かす．この液に水 490 mL，A 液 55 mL 及び B 液 5 mL を加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 700 mL を加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積の 0.9 ～ 1.1 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) に溶かして 5 mL とする．この液にテレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) 溶液 (9 → 5000) 5 mL を加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を

加えて 200 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分 〈2.48〉 8.0 ～ 11.0 %（0.15 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフトリアキソンナトリウム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフトリアキソン（$C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフトリアキソンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　テレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）溶液（9 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリン酸二水素カリウム 3.522 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とし，A 液とする．クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とし，B 液とする．臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 4.00 g を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL に溶かし，この液に水 490 mL，A 液 55 mL 及び B 液 5 mL を加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

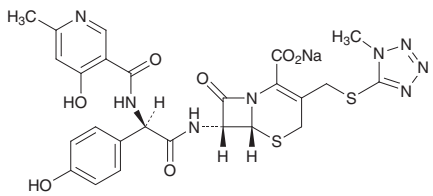
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフピラミドナトリウム

Cefpiramide Sodium



$C_{25}H_{23}N_8NaO_7S_2$：634.62

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-hydroxy-6-methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*74849-93-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 990 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフピラミド（$C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$：612.64）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 〈2.21〉 により ^{1}H を測定するとき，δ 2.3 ppm 付近，δ 3.9 ppm 付近及び δ 8.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33 ～ −40°（脱水物に換算したもの 0.2 g，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH 〈2.54〉 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属 〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品約 25 mg を精密に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にデシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥した液体クロマトグラフィー用 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 25 mg 及びセフピラミド標準品約 75 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液を加え，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールは 1.0 % 以下であり，その他の個々の類縁物質は 1.5 % 以下であり，その他の類縁物質の合計は 4.0 % 以下である．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール（$C_2H_4N_4S$）の量（%）
$= (W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa})$

その他の個々の類縁物質の量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (A_{Tc} / A_{Sb})$

W_{Sa}：1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）
W_{Sb}：セフピラミド標準品の秤取量［mg（力価）］
W_T：本品の秤取量（mg）
A_{Sa}：標準溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
A_{Sb}：標準溶液のセフピラミドのピーク面積
A_{Ta}：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
A_{Tc}：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）
流量：セフピラミドの保持時間が約 11 分になるように調整する．
面積測定範囲：セフピラミドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 μL から得た 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が，標準溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．
システムの性能：セフピラミド標準品 25 mg 及びケイ皮酸 7 mg をとり，移動相に溶かし，50 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ケイ皮酸，セフピラミドの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 7.0 % 以下（0.35 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフピラミド標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフピラミド（$C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$）の量［μg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

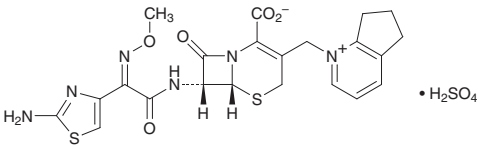
W_S：セフピラミド標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-ジメチルアミノアンチピリン溶液（1 → 100）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 6.8 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液（22：1：1：1）
流量：セフピラミドの保持時間が約 7 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフピラミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

セフピロム硫酸塩

Cefpirome Sulfate
硫酸セフピロム



$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2 \cdot H_2SO_4$：612.66
(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6,7-dihydro-5*H*-cyclopenta[*b*]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate
[*98753-19-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 760 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフピロム（$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$：514.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 10 mg を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL を加え，5 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品 1 mg を水 4 mL に溶かし，氷冷しながら希塩酸 1 mL を加え，新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）1 mL を加え，2 分間放置する．更に，氷冷しながらアミド硫酸アンモニウム試液 1 mL を加え，1 分間放置した後，*N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液（1 → 1000）1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品 5 mg をとり，エタノール（95）1 mL 及び水 1 mL を加えて溶かし，1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 ～ 3 滴及びエタノール（95）3 mL を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（4）　本品及びセフピロム硫酸塩標準品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフピロム硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 25）につき，3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 4.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 5.9 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 7.1 ppm 付近に単一線のシグナル C を，δ 7.8 ppm 付近に多重線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：1：1：1 である．

（6）　本品の水溶液（1 → 250）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（270 nm）：405 ～ 435（脱水物に換算したもの 50 mg，0.01 mol/L 塩酸試液，2500 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－27 ～ －33°（脱水物に換算したもの 0.5 g，アセトニトリル 25 mL に水を加えて 50 mL とした液，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.6 ～ 2.6 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.10 EU/mg（力価）未満．

定 量 法　本品及びセフピロム硫酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフピロムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフピロム（$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフピロム硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

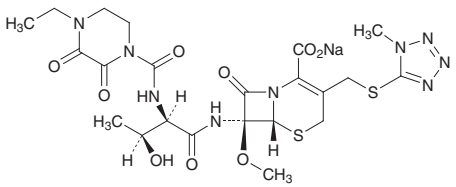
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素アンモニウム 3.45 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を用いて pH 3.3 に調整する．この液 800 mL にアセトニトリル 100 mL を加える．
流量：セフピロムの保持時間が約 7.5 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフピロムのピークの理論段数は 3600 段以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフピロムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　2 ～ 8 ℃ で保存する．
容　　器　密封容器．

セフブペラゾンナトリウム

Cefbuperazone Sodium



$C_{22}H_{28}N_9NaO_9S_2$：649.63

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{(2*R*,3*S*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-3-hydroxybutanoylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*76648-01-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 870 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフブペラゾン（$C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$：627.65）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.1 g に核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン 0.5 mL 及び核磁気共鳴スペクトル測定用重水 1 滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.1 ppm 付近に三重線のシグナル A を，δ 1.6 ppm 付近及び δ 5.1 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋48 ～ ＋56°（脱水物に換算したもの 0.4 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 4 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 4 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の 50 倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，セフブペラゾンに対する相対保持時間が約 0.2 の類縁物質Ⅰは 2.0 % 以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間が約 0.6 の類縁物質Ⅱは 4.5 % 以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間が約 1.6 の類縁物質Ⅲは 1.0 % 以下である．また，類縁物質の合計面積は 6.0 % 以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅢのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.72 及び 0.69 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフブペラゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 25 μL から得たセフブペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフブペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフブペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下　（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフブペラゾン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフブペラゾン（$C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフブペラゾン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（83：13：4）1000 mL に臭化テトラ *n*-プロピルアンモニウム 2.0 g を溶かす．

流量：セフブペラゾンの保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフブペラゾンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

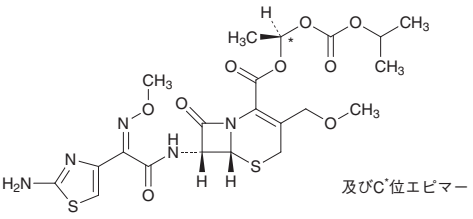
保存条件　冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

セフポドキシム　プロキセチル

Cefpodoxime Proxetil

セフポドキシムプロキセチル



$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$：557.60

(1*RS*)−1−[(1−Methylethyl)carbonyloxy]ethyl (6*R*,7*R*)−7−[(*Z*)−2−(2−aminothiazol−4−yl)−2−(methoxyimino)acetylamino]−3−methoxymethyl−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylate

[*87239−81−4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 706 ～ 774 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフポドキシム（$C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡褐白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.3 ppm 付近及び δ 1.6 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル A 及び B を，δ 3.3 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 2：1：1：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+24.0 ～ +31.4°（脱水物に換算したもの 0.1 g，アセトニトリル，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）20 μL につき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．面積百分率法により類縁物質の量を求めるとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体 B に対する相対保持時間が約 0.8 のピークは 2.0 % 以下，セフポドキシムプロキセチル以外のその他の個々のピークはそれぞれ 1.0 % 以下であり，セフポドキシムプロキセチル以外のピークの合計は 6.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：22 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/メタノール/ギ酸溶液（1 → 50）混液（11：8：1）．

移動相 B：メタノール/ギ酸溶液（1 → 50）混液（19：1）．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 65	95	5
65 ～ 145	95 → 15	5 → 85
145 ～ 155	15	85

流量：セフポドキシムプロキセチルの異性体 B の保持時間が約 60 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフポドキシムプロキセチルの異性体 B の保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）を加えて正確に 200 mL とし，検出の確認用溶液とする．検出の確認用溶液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たセフポドキシムプロキセチルの異性体 A 及び異性体 B のそれ

ぞれのピーク面積が検出の確認用溶液のセフポドキシムプロキセチルの異性体 A 及び異性体 B のそれぞれのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの性能：本品 1 mg を水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体 A，セフポドキシムプロキセチルの異性体 B の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：本品 1 mg を水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体 A 及びセフポドキシムプロキセチルの異性体 B のピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

異性体比　定量法の試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，セフポドキシムプロキセチルの 2 本に分離した異性体の保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.50 ～ 0.60 である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定 量 法　本品及びセフポドキシムプロキセチル標準品約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル 80 mL に溶かし，内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの 2 つに分離したピーク面積の比 Q_{T1} 及び Q_{S1}，並びに Q_{T2} 及び Q_{S2} を求める．

セフポドキシム（$C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times \{(Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2})\} \times 1000$

W_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル 0.3 g をクエン酸一水和物のアセトニトリル溶液（1 → 2000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（11：9）

流量：内標準物質の保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフポドキシムプロキセチルの異性体 A，セフポドキシムプロキセチルの異性体 B の順に溶出し，2 種の異性体の分離度は 4 以上である．

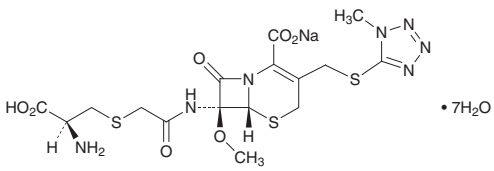
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの異性体 B のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

セフミノクスナトリウム水和物

Cefminox Sodium Hydrate

セフミノクスナトリウム



$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7\ H_2O$：667.66

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{2-[(2*S*)-2-amino-2-carboxyethylsulfanyl]acetylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate heptahydrate

[*75498-96-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフミノクス（$C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$：519.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 →

30）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 3.2 ppm 付近に多重線のシグナル A を，δ 3.5 ppm 付近に単一線のシグナル B を，δ 4.0 ppm 付近に単一線のシグナル C を，δ 5.1 ppm 付近に単一線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 2：3：3：1 である．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は，ナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：+62 ～ +72°（50 mg，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.70 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉 18.0 ～ 20.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）のiiiを用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii） 標準溶液 セフミノクスナトリウム標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

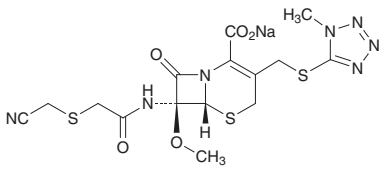
（iv） 試料溶液 本品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

（v） 操作法 培養は 32 ～ 35 ℃ で行う．

貯法　容器　密封容器．

セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$：493.52

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*56796-20-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 860 ～ 965 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフメタゾール（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，テトラヒドロフランに極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 3.6 ppm 付近，δ 4.1 ppm 付近及び δ 5.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4）本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：+73 ～ +85°（0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 6.2 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を量り，水 2 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，

水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1）とする．別に 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール 0.10 g を量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，速やかに薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）のスポットより濃くなく，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフメタゾール標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 1 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフメタゾール（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフメタゾール標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 5.75 g を水 700 mL に溶かす．この液にメタノール 280 mL，テトラヒドロフラン 20 mL，40 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 3.2 mL を加え，リン酸で pH 4.5 に調整する．

流量：セフメタゾールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフメタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

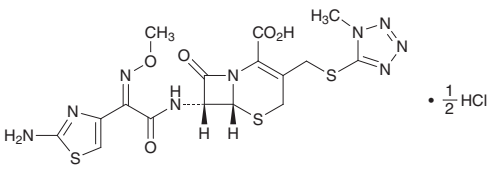
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密封容器．

セフメノキシム塩酸塩

Cefmenoxime Hydrochloride

塩酸セフメノキシム



$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3 \cdot \frac{1}{2}HCl$：529.79

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride ［*75738-58-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 890 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフメノキシム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$：511.56）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡だいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 3.9 ppm 付近に 2 つの単一線のシグナル A 及び B を，δ 6.8 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4） 本品 10 mg をとり，薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 20）1 mL を加えて溶かした後，酢酸（100） 5 mL 及び硝酸銀試液 2 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－27 ～ －35°（1 g，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 150 mL に溶かした液の pH は 2.8 ～ 3.3 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 4）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により

操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加える（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かした後，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液（1）とする．別にセフメノキシム塩酸塩標準品約 0.1 g を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かした後，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを正確にとり，調製後直ちに，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及び総類縁物質の量を求めるとき，それぞれ 1.0 % 以下及び 3.0 % 以下である．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量（%）
$= (W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times 20$

総類縁物質の量（%）
$= \{(W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times 20\}$
$+ \{(W_{Sb} / W_T) \times (S_T / A_{Sb}) \times 5\}$

W_{Sa}：1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（g）
W_{Sb}：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_{Sa}：標準溶液（1）の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
A_{Sb}：標準溶液（2）のセフメノキシムのピーク面積
A_{Ta}：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
S_T：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：セフメノキシムの保持時間の 2.5 倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液（1）5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得た 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が，標準溶液（1）の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の 4.5 ～ 5.5 % になることを確認する．次いで標準溶液（2）2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフメノキシムのピーク面積が，標準溶液（2）のセフメノキシムのピーク面積の 1.5 ～ 2.5 % になることを確認する．
システムの再現性：標準溶液（1）10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 1.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセフメノキシム塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かした後，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 20 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフメノキシム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 フタルイミドのメタノール溶液（3 → 2000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（50：10：1）
流量：セフメノキシムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

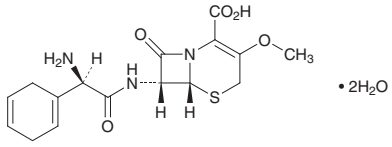
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフメノキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 **容 器** 密封容器．

セフロキサジン水和物

Cefroxadine Hydrate

セフロキサジン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 2H_2O$：401.43

(6*R*,7*R*)−7−[(2*R*)−2−Amino−2−cyclohexa−1,4−dienylacetylamino]−3−methoxy−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylic acid dihydrate

[*51762−05−1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフロキサジン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は微黄白色～淡黄色の結晶性の粒又は粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は 0.001 mol/L 塩酸試液又は希酢酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の 0.001 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキサジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 2.8 ppm 付近，δ 4.1 ppm 付近及び δ 6.3 ppm 付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 4：3：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：+95 ～ +108°（脱水物に換算したもの 0.1 g，薄めた酢酸（100）（3 → 25），100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を磁製るつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL を加えて注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，塩酸 6 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．次に残留物を塩酸 3 滴で潤し，熱湯 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加して pH 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，ネスラー管に入れ，るつぼは水 10 mL で洗い，洗液及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を磁製るつぼに量り，以下検液の調製と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキサジンに対する相対保持時間が約 0.07，0.6 及び 0.8 のそれぞれのピーク面積は，それぞれ標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 2 倍，4 倍及び標準溶液のセフロキサジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキサジン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 1/2 より大きくなく，かつ試料溶液のセフロキサジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 6 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 1.4 g を水/アセトニトリル混液（489：11）1000 mL に溶かす．

流量：セフロキサジンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 40 μL から得たセフロキサジンのピーク面積が，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 3 mg 及びオルシン 15 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフロキサジンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキサジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　8.5 ～ 12.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフロキサジン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを希酢酸/リン酸混液（500：1）に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，希酢酸/リン酸混液（500：1）を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフロキサジン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフロキサジン標準品の秤取量［mg(力価)］

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 50)/アセトニトリル混液（97：3）

流量：セフロキサジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフロキサジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

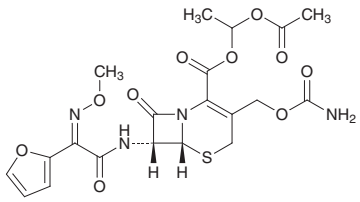
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セフロキシム　アキセチル

Cefuroxime Axetil

セフロキシムアキセチル



$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$：510.47

(1*RS*)−1−Acetoxyethyl (6*R*,7*R*)−3−carbamoyloxymethyl−7−[(*Z*)−2−furan−2−yl−2−(methoxyimino)acetylamino]−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylate

［*64544−07−6*］

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱アセトン物 1 mg 当たり 800 ～ 850 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に二重線又は一対の二重線のシグナル A を，δ 2.1 ppm 付近に一対の単一線のシグナル B を，δ 3.9 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 1：1：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+41 ～ +47°（0.5 g，メタノール，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 25 mg をメタノール 4 mL に溶かした後，リン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール 40 mL を加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の 1.5 倍より大きくない．また，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフロキシムアキセチルの 2 つのピークのうち保持時間の大きい方のピークの約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノール 4 mL を加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 μL から得たセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積が標準溶液のセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） アセトン　本品約 1 g を精密に量り，内標準溶液 0.2 mL を正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別にアセトン約 0.5 g を精密に量り，ジメチルスルホキシドを加えて正確に 100 mL とする．この液 0.2 mL を正確に量り，内標準溶液 0.2 mL を正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，アセトンの量は 1.3 % 以下である．

$$\text{アセトンの量（\%）} = (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 0.2$$

W_S：アセトンの秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　1-プロパノールのジメチルスルホキシド溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600 及びガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 1500 を 1：1 の割合で混合したものを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：115 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，内標準物質の順に流出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　2.0 % 以下（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（0.5 g）．

異性体比　定量法の試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，セフロキシムアキセチルの 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_b/(A_a + A_b)$ は 0.48 ～ 0.55 である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定 量 法　本品及びセフロキシムアキセチル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノール 5 mL を加えた後，リン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

$$\text{セフロキシム（}C_{16}H_{16}N_4O_8S\text{）の量［}\mu\text{g(力価)］} = W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$$

W_S：セフロキシムアキセチル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドのメタノール溶液（27 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：278 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）/メタノール混液（5：3）

流量：セフロキシムアキセチルの 2 つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフロキシムアキセチルの順に溶出し，セフロキシムアキセチルの 2 つのピークの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

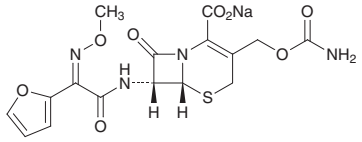
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフロキシムナトリウム

Cefuroxime Sodium



$C_{16}H_{15}N_4NaO_8S$：446.37

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-[(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*56238-63-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 875 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 4.0 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 6.6 ppm 付近に四重線のシグナル B を，δ 6.9 ppm 付近及び δ 7.7 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：1：1：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+59 ～ +66°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.25 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 25 mg を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキシム以外のピークの面積は標準溶液のセフロキシムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキシム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフロキシムのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフロキシムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たセフロキシムのピーク面積が，標準溶液のセフロキシムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフロキシムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフロキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフロキシムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：273 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 125 mm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 0.68 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.4 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 990 mL にアセトニトリル 10 mL を加える．

流量：セフロキシムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液を 60 ℃ で 10 分間放置し，冷後，この液 20 μL につき，速やかに上記の条件で操作するとき，セフロキシムのピークとセフロキシムに対する相対保持時間が約 0.7 のピークの分離度は

2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキシムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セラセフェート

Cellulose Acetate Phthalate

酢酸フタル酸セルロース

Cellulose acetate benzene-1,2-dicarboxylate ［*9004-38-0*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である．

本品は定量するとき，換算した遊離酸を含まない脱水物に対し，アセチル基（$-COCH_3$：43.04）21.5 ～ 26.0 % 及びカルボキシベンゾイル基（$-COC_6H_4COOH$：149.12）30.0 ～ 36.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は白色の粉末又は粒である．

本品はアセトンに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆セラセフェート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

粘　度〈*2.53*〉　本品の換算した脱水物 15 g に対応する量を正確に量り，アセトンと水の質量比で 249：1 の混液 85 g を加えて溶かし，25±0.2 ℃ で第 1 法により測定した本品の動粘度の値 ν と別に比重及び密度測定法〈*2.56*〉により測定した本品の密度の値 ρ から，$\eta = \rho\nu$ により本品の粘度 η を計算するとき，45 ～ 90 mPa･s である．

純度試験

◆（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

（2）　遊離酸　本品約 3 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，薄めたメタノール（1 → 2）100 mL を加え，密栓して 2 時間振り混ぜた後，ろ過する．共栓三角フラスコ及び残留物を薄めたメタノール（1 → 2）10 mL ずつで 2 回洗い，洗液及びろ液を合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．薄めたメタノール（1 → 2）120 mL を用いて空試験を行い，補正する．

遊離酸の量（%）$= (0.8306 \times A) / W$

A：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

遊離酸の量はフタル酸（$C_8H_6O_4$：166.13）として 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール（99.5）/ジクロロメタン混液（3：2）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1）　カルボキシベンゾイル基　本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）/アセトン混液（3：2）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

カルボキシベンゾイル基（$C_8H_5O_3$）の含量（%）

$$= \frac{\dfrac{1.491 \times A}{W} - (1.795 \times B)}{100 - B} \times 100$$

A：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量（%）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

（2）　アセチル基　本品約 0.1 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，これに還流冷却器を付け，30 分間煮沸する．冷後，フェノールフタレイン試液 5 滴を加え，0.1 mol/L 塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．

遊離酸及び結合酸のアセチル基（C_2H_3O）としての含量（%）

$= 0.4305A / W$

A：空試験で補正後の消費された 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の量（mL）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

アセチル基（C_2H_3O）の含量（%）

$= [\{100 \times (P - 0.5182B)\} / (100 - B)] - 0.5772C$

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量（%）

C：カルボキシベンゾイル基の含量（%）

P：遊離酸及び結合酸のアセチル基（C_2H_3O）としての含量（%）

貯　法　容　　器　気密容器．

ゼラチン
Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性　状　本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5 ～ 10 倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点は pH 7.0 ～ 9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点は pH 4.5 ～ 5.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に酸化クロム（Ⅵ）試液又は 2,4,6-トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 5000）5 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1） 異臭及び不溶物　本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加熱して溶かすとき，液は不快臭がない．また，この液は澄明であるか，又は濁ることがあってもわずかであり，その色は色の比較液 A より濃くない．

（2） 亜硫酸塩　本品 20.0 g を丸底フラスコにとり，熱湯 150 mL に溶かし，シリコン樹脂 3 ～ 5 滴，リン酸 5 mL 及び炭酸水素ナトリウム 1 g を加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液 50 mL を入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液 50 mL を得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液 2 mL を加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，水で洗い，強熱するとき，残留物は 4.5 mg 以下である．ただし，カプセル又は錠剤の製法に用いるものは 75 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 15.0 g をフラスコに入れ，薄めた塩酸（1 → 5）60 mL を加え，加熱して溶かし，臭素試液 15 mL を加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.5 g を加えて放冷し，マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液（1 → 4）10 mL ずつで 5 回洗い，薄めた塩酸（1 → 4）に溶かし正確に 50 mL とする．この液 5 mL につき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液 15 mL を用い，同様に操作する（1 ppm 以下）．

（5） 水銀　本品 2.0 g を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し 2 時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約 60 ℃ に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）5 mL を加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約 20 分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて正確に 150 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法（冷蒸気方式）〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 2.0 mL を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.1 ppm 以下）．

乾燥減量　15.0 % 以下．本品約 1 g を，110 ℃ で 3 時間乾燥した海砂（1 号）10 g を入れた質量既知の 200 mL のビーカーに精密に量り，水 20 mL を加え，時々よく振り混ぜ，30 分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110 ℃ で 3 時間乾燥する．

強熱残分〈*2.44*〉　2.0 % 以下（0.5 g）．

貯　法　容　器　気密容器．

精製ゼラチン
Purified Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性　状　本品は無色～淡黄色の薄板，細片，粒又は粉末で，においおよび味はない．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5 ～ 10 倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点は pH 7.0 ～ 9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点は pH 4.5 ～ 5.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に酸化クロム（Ⅵ）試液又は 2,4,6-トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 5000）5 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1） 異臭及び不溶物　本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加熱して溶かすとき，液は無色澄明であり，不快臭がない．ただし，液層は 20 mm とする．

（2） 亜硫酸塩　本品 20.0 g を丸底フラスコにとり，熱湯 150 mL に溶かし，シリコン樹脂 3 ～ 5 滴，リン酸 5 mL 及び炭酸水素ナトリウム 1 g を加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液 50 mL を入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液 50 mL を得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液 2 mL を加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，

水で洗い，強熱するとき，残留物は 1.5 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 15.0 g をフラスコに入れ，薄めた塩酸（1 → 5）60 mL を加え，加熱して溶かし，臭素試液 15 mL を加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.5 g を加えて放冷し，マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液（1 → 4）10 mL ずつで 5 回洗い，薄めた塩酸（1 → 4）に溶かし正確に 50 mL とする．この液 5 mL につき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液 15 mL を用い，同様に操作する（1 ppm 以下）．

（5） 水銀 本品 2.0 g を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し 2 時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約 60 ℃ に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）5 mL を加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約 20 分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて正確に 150 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法（冷蒸気方式）〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 2.0 mL を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.1 ppm 以下）．

乾燥減量 15.0 % 以下． 本品約 1 g を，110 ℃ で 3 時間乾燥した海砂（1 号）10 g を入れた質量既知の 200 mL のビーカーに精密に量り，水 20 mL を加え，時々よく振り混ぜ，30 分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110 ℃ で 3 時間乾燥する．

強熱残分〈*2.44*〉 2.0 % 以下（0.5 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

精製セラック
Purified Shellac

本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr（*Coccidae*）の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である．

性 状 本品は淡黄褐色～褐色のりん片状細片で，堅くてもろく，つやがあり，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸 価〈*1.13*〉 60 ～ 80 本品約 1 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（5 ppm 以下）．

（3） エタノール不溶物 本品約 5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ 105 ℃ で 2 時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール（95）で 3 時間抽出し，円筒ろ紙を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物の量は 2.0 % 以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（4） ロジン 本品 2.0 g にエタノール（99.5）10 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル 50 mL を徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水 50 mL ずつで 2 回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素/フェノール混液（2：1）2 mL に溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素/臭素混液（4：1）を満たし，直ちに 1 枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は 1 分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（5） ワックス 本品 10.0 g に炭酸ナトリウム十水和物溶液（9 → 200）150 mL を加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に 2 時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで 65 ℃ で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで 2 時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

乾燥減量 2.0 % 以下． 本品の中末約 1 g を精密に量り，初め 40 ℃ で 4 時間，次にデシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 15 時間乾燥する．

灰 分〈*5.01*〉 1.0 % 以下（1 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

白色セラック
White Shellac

本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr（*Coccidae*）の分泌物を漂白して得た樹脂状の物質である．

性 状 本品は黄白色～淡黄色の粒で，堅くてもろく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，石油エーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸　価〈*1.13*〉　65 ～ 90　ただし，本品約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，「精製セラック」の酸価を準用する．

純度試験

（1）　**塩化物**〈*1.03*〉　本品 0.40 g にエタノール（95）5 mL を加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水 40 mL を加え，冷後，希硝酸 12 mL 及び水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL にエタノール（95）2.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.140 % 以下）．

（2）　**硫酸塩**〈*1.14*〉　本品 0.40 g にエタノール（95）5 mL を加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水 40 mL を加え，冷後，希塩酸 2 mL 及び水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL にエタノール（95）2.5 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.110 % 以下）．

（3）　**重金属**〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　**ヒ素**〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（5 ppm 以下）．

（5）　**エタノール（95）不溶物**　本品約 5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ 105 ℃ で 2 時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール（95）で 3 時間抽出し，円筒ろ紙を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物の量は 2.0 % 以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（6）　**ロジン**　本品 2.0 g にエタノール（99.5）10 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル 50 mL を徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水 50 mL ずつで 2 回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素/フェノール混液（2：1）2 mL に溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素/臭素混液（4：1）を満たし，直ちに 1 枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は 1 分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（7）　**ワックス**　本品 10.0 g に炭酸ナトリウム十水和物溶液（9 → 200）150 mL を加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に 2 時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで 65 ℃ で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで 2 時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

乾燥減量　6.0 % 以下．本品の中末約 1 g を精密に量り，初め 40 ℃ で 4 時間，次にデシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 15 時間乾燥する．

灰　分〈*5.01*〉　1.0 % 以下（1 g）．

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　密閉容器．

セラペプターゼ

Serrapeptase

［*95077-02-4*］

本品はセラチア（***Serratia***）属細菌から製したもので，たん白分解作用を有する酵素である．

通例，「乳糖水和物」で薄めてある．

本品 1 mg は，2000 ～ 2600 セラペプターゼ単位を含む．

本品は吸湿性である．

性　状　本品は灰白色～淡褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験　本品 0.4 g を pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 100 mL に溶かし，この液 1 mL ずつを正確に試験管 3 本に量りとる（A，B 及び C とする）．A の試験管に水 1 mL を，B 及び C の試験管に 0.04 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 1 mL ずつを正確に加え，穏やかに混和した後，4±1 ℃ の水浴中に約 1 時間放置する．次に B の試験管に 0.04 mol/L 塩化亜鉛試液 2 mL を A 及び C の試験管に水 2 mL ずつを正確に加え，穏やかに混和した後，再び 4±1 ℃ の水浴中に約 1 時間放置する．A，B 及び C それぞれの液 1 mL を正確に量り，pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて A 及び B 液は正確に 200 mL，C 液は正確に 50 mL とし，それぞれ試料溶液とする．これらの液につき，定量法の項に従って操作するとき，A と B の含量はほぼ等しく，C は A の 5 % 以下である．

A，B 及び C 液の含量 = $(A_T / A_S) \times (1 / 20) \times D \times 176$

A_S：標準溶液の吸光度

A_T：試料溶液の吸光度

20：反応時間（分）

D：希釈倍率（A 液及び B 液 = 200，C 液 = 50）

176：換算計数

$$\frac{\text{全酵素反応液量}}{\text{ろ液採取量}} \times \text{チロジン標準溶液 2 mL 中のチロジン量}$$

純度試験

（1）　**重金属**〈*1.07*〉　本品 1.0 g を磁製のるつぼに量り，硫酸及び硝酸それぞれ 2 滴を加えた後，強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸ヒドロキシルアミン溶液（3 → 100）10 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加温する．冷後，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，

試験を行う．比較液は硫酸及び硝酸それぞれ 2 滴を加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物に塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，塩酸ヒドロキシルアミン溶液（3 → 100）10 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて水浴上で 5 分間加温し，以下検液の調製法と同様に操作した後，水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（3 → 10）5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，次に小火炎で加熱しながら灰化する（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 試料溶液の調製 本品 0.100 g を正確に量り，硫酸アンモニウム溶液（1 → 20）を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜて溶かした後，その 1 mL を正確に量り，pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．

（ii） チロジン標準溶液の調製 チロジン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その 0.160 g を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．

（iii） 基質溶液の調製 乳製カゼイン（別途 60 ℃，3 時間減圧（0.67 kPa 以下）で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）1.20 g に対応する量を正確に量り，ホウ酸ナトリウム溶液（19 → 1000）160 mL を加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，1 mol/L 塩酸試液を加えて，pH を正確に 9.0 に調整した後，pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて，正確に 200 mL とする．37 ± 0.5 ℃ に加温して用いる．用時製する．

（iv） 沈殿試液の調製 セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液を用いる．37 ± 0.5 ℃ に加温して用いる．

（v） 操作法 試料溶液 1 mL を正確に量り，共栓試験管（15 × 130 mm）に入れ，37 ± 0.5 ℃ で 5 分間放置した後，基質溶液 5 mL を正確に加え，直ちによく振り混ぜる．この液を 37 ± 0.5 ℃ で正確に 20 分間放置した後，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加え，振り混ぜ，再び 37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置した後，乾燥ろ紙でろ過する．ろ液 2 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（3 → 50）5 mL を正確に加え，振り混ぜ，次いで薄めたフォリン試液（1 → 3）1 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置する．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 660 nm における吸光度 A_1 を測定する．別に試料溶液 1 mL を正確に量り，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加え，振り混ぜた後，基質溶液 5 mL を正確に加え，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置し，以下同様に操作して吸光度 A_2 を測定する．また，チロジン標準溶液 2 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（3 → 50）5 mL を正確に加え，振り混ぜた後，薄めたフォリン試液（1 → 3）1 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作して吸光度 A_3 を測定する．別に 0.2 mol/L 塩酸試液 2 mL を正確に量り，同様に操作して吸光度 A_4 を測定する．

本品 1 mg 当たりのセラペプターゼ単位

$$= \{(A_1 - A_2) / (A_3 - A_4)\} \times (1 / 20) \times 200 \times 176$$

20：反応時間（分）

200：希釈倍数

176：換算係数

$$\frac{\text{全酵素反応液量}}{\text{ろ液採取量}} \times \text{チロジン標準溶液 2 mL 中のチロジン量}$$

ただし，上記の操作において，基質溶液 5 mL から 1 分間にチロジン相当量 5 μg を生じるセラペプターゼの量を 1 セラペプターゼ単位とする．

貯 法 容 器 気密容器．

セルモロイキン（遺伝子組換え）

Celmoleukin (Genetical Recombination)



$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$：15415.82

［*94218-72-1*］

本品の本質はヒトインターロイキン-2 cDNA の発現により大腸菌で製造される 133 個のアミノ酸残基からなるたん白質である．本品は水溶液である．本品は T-リンパ球活性化作用を有する．本品は定量するとき 1 mL 当たり 0.5 ～ 1.5 mg のたん白質を含み，たん白質 1 mg 当たり 8.0×10^6 単位以上を含む．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品 1 mL に薄めた硫酸銅（Ⅱ）試液（1 → 10）0.05 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化カリウム 0.9 g を加えて振り混ぜる．この液にエタノール（99.5）0.3 mL を加えて振り混ぜるとき，エタノール層は紫色を呈する．

（2） 定量法（1）で得た結果に従い，総たん白質として約 50 μg に対応する量を 2 本の加水分解管にそれぞれとり，減圧で蒸発乾固する．一方に薄めた塩酸（59 → 125）/メルカプト酢酸/フェノール混液（100：10：1） 100 μL を加えて振り混ぜる．この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を 5.24 mol/L 塩酸試液/メルカプト酢酸/フェノール混液（100：10：1） 200 μL を加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約 115 ℃ で 24 時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02 mol/L 塩酸試液 0.5 mL に溶かし試料溶液（1）とする．もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸 100 μL を加え，1.5 時間氷冷下で酸化した後，臭化水素酸 50 μL を加えて減圧乾固する．水 200 μL を加え

て減圧乾固する操作を 2 回繰り返した後，この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸（59 → 125）200 μL を加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約 115 ℃ で 24 時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02 mol/L 塩酸試液 0.5 mL に溶かし試料溶液（2）とする．別に L-アスパラギン酸 60 mg，L-グルタミン酸 100 mg，L-アラニン 17 mg，L-メチオニン 23 mg，L-チロジン 21 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 24 mg，L-トレオニン 58 mg，L-プロリン 22 mg，L-シスチン 14 mg，L-イソロイシン 45 mg，L-フェニルアラニン 37 mg，塩酸 L-アルギニン 32 mg，L-セリン 32 mg，グリシン 6 mg，L-バリン 18 mg，L-ロイシン 109 mg，塩酸 L-リジン76 mg及び L-トリプトファン 8 mg を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし正確に 500 mL とする．この液 40 μL をそれぞれ 2 本の加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，試料溶液（1）及び試料溶液（2）と同様に操作し標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液（1），試料溶液（2），標準溶液（1）及び標準溶液（2）につき液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液（1），試料溶液（2），標準溶液（1）及び標準溶液（2）250 μL から得られた各アミノ酸のピーク面積から，それぞれの試料溶液 1 mL 中に含まれる構成アミノ酸のモル数を求め，更にセルモロイキン 1 mol 中に含まれるロイシンを 22 個としたときの構成アミノ酸の個数を求めるとき，グルタミン酸（又はグルタミン）は 17 又は 18，トレオニンは 11 ～ 13，アスパラギン酸（又はアスパラギン）は 11 又は 12，リジンは 11，イソロイシンは 7 又は 8，セリンは 6 ～ 9，フェニルアラニンは 6，アラニンは 5，プロリンは 5 又は 6，アルギニン及びメチオニンはそれぞれ 4，システイン及びバリンはそれぞれ 3 又は 4，チロジン及びヒスチジンはそれぞれ 3，グリシンは 2 及びトリプトファンは 1 である．

（3）分子量　定量法（1）で得た結果に従い，1 mL 中に総たん白質量約 0.5 mg となるようにセルモロイキン用緩衝液を加え，試料溶液とする．セルモロイキン用分離ゲル及びセルモロイキン用濃縮ゲルを用いて調製した垂直不連続緩衝液系 SDS-ポリアクリルアミドゲルに，試料溶液 20 μL 及びセルモロイキン用分子量測定用マーカーたん白質 20 μL をそれぞれ試料液添加溝に注入し，電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，主泳動帯の分子量は，12500 ～ 13800 の範囲内である．

（4）　本品 100 μL にたん白質消化酵素試液 100 μL を加えて振り混ぜ，37 ℃ で 18 ～ 24 時間放置した後，2-メルカプトエタノール 2 μL を加える．更に，37 ℃ で 30 分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液（1 → 10）5 μL を加え，試料溶液とする．別に，液体クロマトグラフィー用セルモロイキンを試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たクロマトグラムにつき比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸溶液（1 → 1000）

移動相 B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル/水混液（17：3）溶液（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 5	100	0
5 ～ 45	100 → 60	0 → 40
45 ～ 75	60 → 0	40 → 100
75 ～ 85	0	100

流量：セルモロイキンの保持時間が約 70 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：液体クロマトグラフィー用セルモロイキン 100 μL に 2-メルカプトエタノール 2 μL を加え，37 ℃ に 2 時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

（5）　本品適量を精密に量り，1 mL 中に 800 単位を含むようにセルモロイキン用培養液を加え，試料溶液とする．組織培養用平底マイクロテストプレートの 2 穴（A 及び B）に試料溶液 25 μL ずつを入れ，穴（A）にはセルモロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗血清試液 25 μL を，穴（B）にはセルモロイキン用培養液 25 μL を加える．更に，別の穴（C）にセルモロイキン用培養液 50 μL を入れる．平底マイクロテストプレートを振り混ぜた後，5 % 二酸化炭素を含む空気中 37 ℃ で 30 分 ～ 2 時間保温する．次に，各穴にインターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 を含むセルモロイキン用培養液 50 μL ずつを加え，37 ℃ で 16 ～ 24 時間培養する．臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム試液を加えて 37 ℃ で 4 ～ 6 時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液を加えて 24 ～ 48 時間放置した後，各穴の液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により 590 nm における吸光度を測定するとき，A の穴の液から得られた吸光度と C の穴の液から得られた吸光度の差は B の穴の液から得られた吸光度と C の穴の液から得られた吸光度の差の 3 % 以下である．

pH〈*2.54*〉　4.5 ～ 5.5

純度試験

（1）　宿主由来たん白質　本品にウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液（以下リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を PBS と略す）を加えて正確に 2 倍ずつ段階希釈した液を試料溶液とする．大腸菌由来たん白質（以下 ECP と略す）をウシ血清加 PBS で 1 mL 当たり 0.25 ～ 6 ng の範囲となるように 5 段階以上に精密に希釈し，各標準溶液とする．平底マイクロテストプレートの各穴にヤギ抗 ECP 抗体試液 100 μL を分注し，4 ℃ で 16 ～ 24 時間放置した後，液を

除く．次に PBS で 3 回洗浄し，次にウシ血清アルブミン加 PBS 200 μL を加え，室温で 3 時間以上静置した後，更に PBS で 3 回洗浄する．試料溶液及び各標準溶液をそれぞれ 100 μL 分注し，4 ℃ で 16 ～ 24 時間静置した後，PBS で 5 回洗浄する．ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗 ECP 抗体 Fab′ 試液 100 μL を加え，室温で 4 時間以上静置した後，PBS で 5 回洗浄する．次にセルモロイキン用基質緩衝液 100 μL を加え，室温，暗所で 5 ～ 25 分間反応させた後，薄めた硫酸（3 → 25） 100 μL を加える．これらの平底マイクロテストプレートにつき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 492 nm における吸光度を測定する．別にウシ血清加 PBS 100 μL を用い，同様の方法で空試験を行い，補正する．各標準溶液の吸光度を求め，検量線を作成し，試料溶液 1 mL 当たりの ECP 量を求め，試料溶液の希釈倍数を乗じて，試料中の濃度を求めるとき，たん白質 1 mg 当たりの ECP 含量は 0.02 %（0.2 μg/mg たん白質）以下である．

（2） 重合体　確認試験（3）の試料溶液をセルモロイキン用試料用緩衝液でたん白質含量として 1 mL 当たり約 2 ～ 32 μg の範囲になるように 4 段階以上に薄め，各標準溶液とする．試料溶液及び各標準溶液 20 μL ずつを試料添加溝に注入し，垂直不連続緩衝液系 SDS–ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，各々の泳動帯は青色を呈する．次に，デンシトメーターを用いて各標準溶液から得た泳動帯のピーク面積を求め，先の検量線からたん白質含量を算出し，セルモロイキン単量体以外のセルモロイキンに由来する重合体たん白質量を求めるとき，総たん白質に対して 2 % 以下である．

（3） 類縁物質　本品及び pH 5.0 の 0.01 mol/L 酢酸塩緩衝液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．本品の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセルモロイキン以外の類縁物質の合計量を求めるとき，5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル/水混液（3：2）溶液（1 → 1000）

移動相 B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル/水混液（13：7）溶液（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	70 → 10	30 → 90

流量：セルモロイキンの保持時間が約 50 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセルモロイキンの保持時間の約 1.3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 0.5 mL を正確に量り，pH 5.0 の 0.01 mol/L 酢酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たセルモロイキンのピーク面積が本品 10 μL から得たセルモロイキンのピーク面積の 0.9 ～ 1.1 % になることを確認する．

システムの性能：本品 100 μL に 2–メルカプトエタノール 2 μL を加え，37 ℃ で 2 時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は 3.0 以上である．

酢酸アンモニウム　本品 0.1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし試料溶液とする．別に，塩化アンモニウム約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，アンモニウムイオンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品 1 mL 当たり酢酸アンモニウムを 0.28 ～ 0.49 mg 含む．

本品 1 mL 当たりの酢酸アンモニウム（CH_3COONH_4）の量
$= (A_T / A_S) \times W_S \times 0.003 \times 1.4410$

W_S：塩化アンモニウムの秤取量（mg）

0.003：希釈補正係数

1.4410：塩化アンモニウムの酢酸アンモニウムへの分子量換算係数

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 5 mm，長さ 25 cm の樹脂管に 5.5 μm の液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.1 mol/L メタンスルホン酸試液（3 → 10）

流量：アンモニウムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ナトリウム標準原液 1 mL 及びカリウム標準原液 0.2 mL を正確に量り水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL 及び標準原液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 5 mL とする．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，アンモニウム，カリウムの順に溶出し，ナトリウムとアンモニウムの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は 10 % 以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　100 EU/mL 未満．

無　菌〈*4.06*〉　直接法により試験を行うとき，適合する．ただし，無菌試験用チオグリコール酸培地 I 15 mL の入った試験管に本品 0.5 mL ずつ 8 本，1 mL ずつ 8 本及びソイ

ビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 15 mL の入った試験管 8 本に本品 1 mL ずつ加える．

定 量 法

（1） 総たん白質含量　本品 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，定量用ウシ血清アルブミン約 50 mg を精密に量り，1 mL 中にアルブミン 50 μg，100 μg，150 μg を含む液となるように水を加えて標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．試料溶液及び標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）1 mL ずつを正確に量り，それぞれにたん白質含量試験用アルカリ性銅試液 2.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，15 分間放置する．次に水 2.5 mL 及び希フォリン試液 0.5 mL を正確に加え，37 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 1 mL を用いて同様に操作した液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）の吸光度から作成した検量線を用いて，総たん白質量を求める．

（2） 比活性　本品 0.1 mL を正確に量り，セルモロイキン用培養液 0.9 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に，インターロイキン-2 標準品　1 個をとり，水 1 mL を正確に加えて溶解し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液をセルモロイキン用培養液で精密に 2 倍段階希釈し，各希釈液中に 1 mL 当たり 3×10^5 ～ 5×10^5 個のインターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 を試料溶液及び標準溶液に対し等容量加える．インターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 とセルモロイキン用培養液を等量混合したものを対照液とする．これらの液を 37 ℃ で 16 ～ 24 時間培養する．その後，臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し 1/5 容量加えて 37 ℃ で 4 ～ 6 時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し等容量加えて 24 ～ 48 時間放置し，生成する青色色素を溶出させた後，これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 590 nm における吸光度を測定する．セルモロイキンとして 1 mL 当たり 1000 ～ 2000 単位を加えた場合の吸光度を 100 % とし，対照液の吸光度を 0 % として，50 % の吸光度を示すインターロイキン-2 標準品の希釈倍数（A）と本品の希釈倍数（B）とを求め，B/A 値にインターロイキン-2 標準品の単位数を乗じ，本品 1 mL 中の生物学的活性を求める．総たん白質含量試験で求めたたん白質含量に対する生物学的活性の比を算出する．

貯 法

保存条件　－20 ℃ 以下で保存する．

容　　器　滅菌した気密容器．

結晶セルロース

Microcrystalline Cellulose

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得た α-セルロースを酸で部分的に解重合し，精製したものである．

◆本品には平均重合度，乾燥減量値及びかさ密度を範囲で表示する．◆

◆**性　状**　本品は白色の結晶性の粉末で，流動性がある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えて加熱するとき，膨潤する．◆

確認試験

（1） 塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし，ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる．この液 2 mL 中に本品約 10 mg を時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（2） 本品 20 g を内径 200 mm の 391 号（38 μm）のふるいに入れ，減圧吸引型ふるい分け機を用い 5 分間操作する．ふるい上の残留物の質量が 5 % 以上のときは本品 30 g に水 270 mL を加え，又は 5 % 未満のときは本品 45 g に水 255 mL を加え，かき混ぜ機を用いて高速度（毎分 18000 回転以上）で 5 分間かき混ぜた後，その 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに入れ，3 時間放置するとき，液は白色不透明で，気泡のない分散状を呈し，液の分離を認めない．◆

（3） 本品約 1.3 g を精密に量り，125 mL の三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び 1 mol/L 銅エチレンジアミン試液 25 mL をそれぞれ正確に加える．直ちに窒素を通じ，密栓した後，振とう機を用いて振り混ぜながら溶かす．この液適量を正確に量り 25 ± 0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法〈*2.53*〉により，粘度計の概略の定数（*K*）が 0.03 の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度 ν を求める．別に水 25 mL 及び 1 mol/L 銅エチレンジアミン試液 25 mL をそれぞれ正確に量り，その混液について同様の方法で，粘度計の概略の定数（*K*）が 0.01 の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度 ν_0 を求める．

次式により，本品の相対粘度 η_{rel} を求める．

$$\eta_{rel} = \nu / \nu_0$$

次の表により，この相対粘度 η_{rel} から極限粘度〔η〕(mL/g) と濃度 C (g/100 mL) の積〔η〕C を求め，次式により平均重合度 P を計算するとき，P は 350 以下であり，◆かつ表示範囲内◆である．

$$P = 95〔\eta〕C / W_T$$

W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量 (g)

pH 〈*2.54*〉　本品 5.0 g に水 40 mL を加え，20 分間振り混

相対粘度 η_{rel} から極限粘度と濃度の積〔η〕C を求める表

	[η]C									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
1.1	0.098	0.106	0.115	0.125	0.134	0.143	0.152	0.161	0.170	0.180
1.2	0.189	0.198	0.207	0.216	0.225	0.233	0.242	0.250	0.259	0.268
1.3	0.276	0.285	0.293	0.302	0.310	0.318	0.326	0.334	0.342	0.350
1.4	0.358	0.367	0.375	0.383	0.391	0.399	0.407	0.414	0.422	0.430
1.5	0.437	0.445	0.453	0.460	0.468	0.476	0.484	0.491	0.499	0.507
1.6	0.515	0.522	0.529	0.536	0.544	0.551	0.558	0.566	0.573	0.580
1.7	0.587	0.595	0.602	0.608	0.615	0.622	0.629	0.636	0.642	0.649
1.8	0.656	0.663	0.670	0.677	0.683	0.690	0.697	0.704	0.710	0.717
1.9	0.723	0.730	0.736	0.743	0.749	0.756	0.762	0.769	0.775	0.782
2.0	0.788	0.795	0.802	0.809	0.815	0.821	0.827	0.833	0.840	0.846
2.1	0.852	0.858	0.864	0.870	0.876	0.882	0.888	0.894	0.900	0.906
2.2	0.912	0.918	0.924	0.929	0.935	0.941	0.948	0.953	0.959	0.965
2.3	0.971	0.976	0.983	0.988	0.994	1.000	1.006	1.011	1.017	1.022
2.4	1.028	1.033	1.039	1.044	1.050	1.056	1.061	1.067	1.072	1.078
2.5	1.083	1.089	1.094	1.100	1.105	1.111	1.116	1.121	1.126	1.131
2.6	1.137	1.142	1.147	1.153	1.158	1.163	1.169	1.174	1.179	1.184
2.7	1.190	1.195	1.200	1.205	1.210	1.215	1.220	1.225	1.230	1.235
2.8	1.240	1.245	1.250	1.255	1.260	1.265	1.270	1.275	1.280	1.285
2.9	1.290	1.295	1.300	1.305	1.310	1.314	1.319	1.324	1.329	1.333
3.0	1.338	1.343	1.348	1.352	1.357	1.362	1.367	1.371	1.376	1.381
3.1	1.386	1.390	1.395	1.400	1.405	1.409	1.414	1.418	1.423	1.427
3.2	1.432	1.436	1.441	1.446	1.450	1.455	1.459	1.464	1.468	1.473
3.3	1.477	1.482	1.486	1.491	1.496	1.500	1.504	1.508	1.513	1.517
3.4	1.521	1.525	1.529	1.533	1.537	1.542	1.546	1.550	1.554	1.558
3.5	1.562	1.566	1.570	1.575	1.579	1.583	1.587	1.591	1.595	1.600
3.6	1.604	1.608	1.612	1.617	1.621	1.625	1.629	1.633	1.637	1.642
3.7	1.646	1.650	1.654	1.658	1.662	1.666	1.671	1.675	1.679	1.683
3.8	1.687	1.691	1.695	1.700	1.704	1.708	1.712	1.715	1.719	1.723
3.9	1.727	1.731	1.735	1.739	1.742	1.746	1.750	1.754	1.758	1.762
4.0	1.765	1.769	1.773	1.777	1.781	1.785	1.789	1.792	1.796	1.800
4.1	1.804	1.808	1.811	1.815	1.819	1.822	1.826	1.830	1.833	1.837
4.2	1.841	1.845	1.848	1.852	1.856	1.859	1.863	1.867	1.870	1.874
4.3	1.878	1.882	1.885	1.889	1.893	1.896	1.900	1.904	1.907	1.911
4.4	1.914	1.918	1.921	1.925	1.929	1.932	1.936	1.939	1.943	1.946
4.5	1.950	1.954	1.957	1.961	1.964	1.968	1.971	1.975	1.979	1.982
4.6	1.986	1.989	1.993	1.996	2.000	2.003	2.007	2.010	2.013	2.017
4.7	2.020	2.023	2.027	2.030	2.033	2.037	2.040	2.043	2.047	2.050
4.8	2.053	2.057	2.060	2.063	2.067	2.070	2.073	2.077	2.080	2.083
4.9	2.087	2.090	2.093	2.097	2.100	2.103	2.107	2.110	2.113	2.116
5.0	2.119	2.122	2.125	2.129	2.132	2.135	2.139	2.142	2.145	2.148
5.1	2.151	2.154	2.158	2.160	2.164	2.167	2.170	2.173	2.176	2.180
5.2	2.183	2.186	2.190	2.192	2.195	2.197	2.200	2.203	2.206	2.209
5.3	2.212	2.215	2.218	2.221	2.224	2.227	2.230	2.233	2.236	2.240
5.4	2.243	2.246	2.249	2.252	2.255	2.258	2.261	2.264	2.267	2.270
5.5	2.273	2.276	2.279	2.282	2.285	2.288	2.291	2.294	2.297	2.300
5.6	2.303	2.306	2.309	2.312	2.315	2.318	2.320	2.324	2.326	2.329
5.7	2.332	2.335	2.338	2.341	2.344	2.347	2.350	2.353	2.355	2.358
5.8	2.361	2.364	2.367	2.370	2.373	2.376	2.379	2.382	2.384	2.387
5.9	2.390	2.393	2.396	2.400	2.403	2.405	2.408	2.411	2.414	2.417
6.0	2.419	2.422	2.425	2.428	2.431	2.433	2.436	2.439	2.442	2.444
6.1	2.447	2.450	2.453	2.456	2.458	2.461	2.464	2.467	2.470	2.472
6.2	2.475	2.478	2.481	2.483	2.486	2.489	2.492	2.494	2.497	2.500
6.3	2.503	2.505	2.508	2.511	2.513	2.516	2.518	2.521	2.524	2.526
6.4	2.529	2.532	2.534	2.537	2.540	2.542	2.545	2.547	2.550	2.553
6.5	2.555	2.558	2.561	2.563	2.566	2.568	2.571	2.574	2.576	2.579
6.6	2.581	2.584	2.587	2.590	2.592	2.595	2.597	2.600	2.603	2.605
6.7	2.608	2.610	2.613	2.615	2.618	2.620	2.623	2.625	2.627	2.630
6.8	2.633	2.635	2.637	2.640	2.643	2.645	2.648	2.650	2.653	2.655
6.9	2.658	2.660	2.663	2.665	2.668	2.670	2.673	2.675	2.678	2.680

	$[\eta]C$									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
7.0	2.683	2.685	2.687	2.690	2.693	2.695	2.698	2.700	2.702	2.705
7.1	2.707	2.710	2.712	2.714	2.717	2.719	2.721	2.724	2.726	2.729
7.2	2.731	2.733	2.736	2.738	2.740	2.743	2.745	2.748	2.750	2.752
7.3	2.755	2.757	2.760	2.762	2.764	2.767	2.769	2.771	2.774	2.776
7.4	2.779	2.781	2.783	2.786	2.788	2.790	2.793	2.795	2.798	2.800
7.5	2.802	2.805	2.807	2.809	2.812	2.814	2.816	2.819	2.821	2.823
7.6	2.826	2.828	2.830	2.833	2.835	2.837	2.840	2.842	2.844	2.847
7.7	2.849	2.851	2.854	2.856	2.858	2.860	2.863	2.865	2.868	2.870
7.8	2.873	2.875	2.877	2.879	2.881	2.884	2.887	2.889	2.891	2.893
7.9	2.895	2.898	2.900	2.902	2.905	2.907	2.909	2.911	2.913	2.915
8.0	2.918	2.920	2.922	2.924	2.926	2.928	2.931	2.933	2.935	2.937
8.1	2.939	2.942	2.944	2.946	2.948	2.950	2.952	2.955	2.957	2.959
8.2	2.961	2.963	2.966	2.968	2.970	2.972	2.974	2.976	2.979	2.981
8.3	2.983	2.985	2.987	2.990	2.992	2.994	2.996	2.998	3.000	3.002
8.4	3.004	3.006	3.008	3.010	3.012	3.015	3.017	3.019	3.021	3.023
8.5	3.025	3.027	3.029	3.031	3.033	3.035	3.037	3.040	3.042	3.044
8.6	3.046	3.048	3.050	3.052	3.054	3.056	3.058	3.060	3.062	3.064
8.7	3.067	3.069	3.071	3.073	3.075	3.077	3.079	3.081	3.083	3.085
8.8	3.087	3.089	3.092	3.094	3.096	3.098	3.100	3.102	3.104	3.106
8.9	3.108	3.110	3.112	3.114	3.116	3.118	3.120	3.122	3.124	3.126
9.0	3.128	3.130	3.132	3.134	3.136	3.138	3.140	3.142	3.144	3.146
9.1	3.148	3.150	3.152	3.154	3.156	3.158	3.160	3.162	3.164	3.166
9.2	3.168	3.170	3.172	3.174	3.176	3.178	3.180	3.182	3.184	3.186
9.3	3.188	3.190	3.192	3.194	3.196	3.198	3.200	3.202	3.204	3.206
9.4	3.208	3.210	3.212	3.214	3.215	3.217	3.219	3.221	3.223	3.225
9.5	3.227	3.229	3.231	3.233	3.235	3.237	3.239	3.241	3.242	3.244
9.6	3.246	3.248	3.250	3.252	3.254	3.256	3.258	3.260	3.262	3.264
9.7	3.266	3.268	3.269	3.271	3.273	3.275	3.277	3.279	3.281	3.283
9.8	3.285	3.287	3.289	3.291	3.293	3.295	3.297	3.298	3.300	3.302
9.9	3.304	3.305	3.307	3.309	3.311	3.313	3.316	3.318	3.320	3.321

	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	3.32	3.34	3.36	3.37	3.39	3.41	3.43	3.45	3.46	3.48
11	3.50	3.52	3.53	3.55	3.56	3.58	3.60	3.61	3.63	3.64
12	3.66	3.68	3.69	3.71	3.72	3.74	3.76	3.77	3.79	3.80
13	3.80	3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.90	3.92	3.93	3.95
14	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.04	4.06	4.07	4.09
15	4.10	4.11	4.13	4.14	4.15	4.17	4.18	4.19	4.20	4.22
16	4.23	4.24	4.25	4.27	4.28	4.29	4.30	4.31	4.33	4.34
17	4.35	4.36	4.37	4.38	4.39	4.41	4.42	4.43	4.44	4.45
18	4.46	4.47	4.48	4.49	4.50	4.52	4.53	4.54	4.55	4.56
19	4.57	4.58	4.59	4.60	4.61	4.62	4.63	4.64	4.65	4.66

ぜた後，遠心分離して得た上澄液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

◆（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

（2） 水可溶物 本品 5.0 g に水 80 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いて吸引ろ過する．ろ液を質量既知のビーカー中で焦がさないように蒸発乾固した後，105 ℃ で 1 時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は 12.5 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） ジエチルエーテル可溶物 本品 10.0 g を内径約 20 mm のクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL をこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は 5.0 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

導電率〈*2.51*〉 pH の項で得られた上澄液を試料溶液とし，◆25 ± 0.1 ℃◆で試験を行い，試料溶液の導電率を求める．同様に操作し，試料溶液の調製に用いた水の導電率を求める．両者の導電率を比較するとき，その差は 75 $\mu S \cdot cm^{-1}$ 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下であり，◆かつ表示範囲内◆（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下◆(2 g)◆．

かさ密度

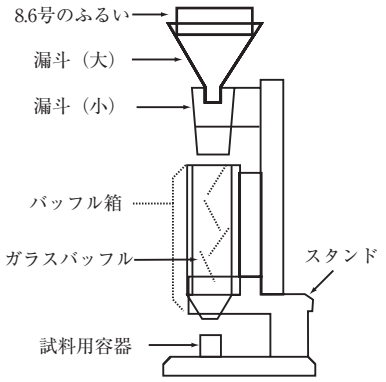
（i） 装置 図に示すボリュームメーターを用いる．ボリュームメーターの最上部には，8.6 号（2000 μm）のふるいを取り付ける．漏斗は，4 つのガラス製バッフル板が付いたバッフル箱の上に取り付けられている．試料を 4 つのガラス

製バッフル板の上を滑り落としながら落下させる．落下した試料は，バッフル箱の底に取り付けられたシュートにより試料用容器に集められる．

（ii）操作法　あらかじめ，内径 30.0±2.0 mm，内容積 25.0±0.05 mL の真鍮製又はステンレス製の試料用容器の質量を精密に量り，ボリュームメーターのシュートの下に置く．ボリュームメーターの漏斗の上縁より 5.1 cm の高さから，ふるいに本品をその網目を詰まらせないようにゆっくりと加え，ふるわれた試料が試料用容器からあふれ出るまで流し込む．ふるいの網目が詰まったら，ふるいをはずす．試料があふれたら，直ちにスライドガラスを用いて過量分をすり落とした後，その質量を精密に量る．この値から内容物の質量を求め，次式によりかさ密度を求めるとき，その値は表示範囲内である．

かさ密度（g/cm^3）＝ A / 25

A：測定された試料の質量（g）



◆**微生物限度**〈*4.05*〉　試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 100 以下である．また大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆**貯　法　容　　器**　気密容器．◆

粉末セルロース
Powdered Cellulose

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得た α–セルロースを，◆必要に応じて，部分的加水分解などの◆処理を行った後，精製し，機械的に粉砕したものである．

本品には平均重合度を範囲で表示する．

◆**性　状**　本品は白色の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし，ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる．この液 2 mL 中に本品約 10 mg を時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（2）　本品 30 g に水 270 mL を加え，かき混ぜ機を用いて高速度（毎分 18000 回転以上）で 5 分間かき混ぜた後，その 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに入れ，1 時間放置するとき，液は分離し，上澄液と沈殿を生じる．◆

（3）　本品約 0.25 g を精密に量り，125 mL の三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び 1 mol/L 銅エチレンジアミン試液 25 mL をそれぞれ正確に加える．以下「結晶セルロース」の確認試験（3）を準用して試験を行うとき，平均重合度 P は 440 より大きく，かつ表示範囲内である．

pH〈*2.54*〉　本品 10 g に水 90 mL を加え，時々振り混ぜながら，1 時間放置するとき，上澄液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

◆（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

（2）　水可溶物　本品 6.0 g に新たに煮沸して冷却した水 90 mL を加え，10 分間時々振り混ぜた後，ろ紙を用いて吸引ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を必要ならば再び同じろ紙を用いて吸引ろ過し，澄明なろ液 15.0 mL を質量既知の蒸発皿にとる．内容物を焦がさないように蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，その量は 15.0 mg 以下である（1.5 %）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3）　ジエチルエーテル可溶物　本品 10.0 g を内径約 20 mm のクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL をこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は 15.0 mg 以下である（0.15 %）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g，乾燥物換算）．

◆**微生物限度**〈*4.05*〉　試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌

数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 100 以下である．また大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆貯　法　容　　器　気密容器．◆

ソルビタンセスキオレイン酸エステル

Sorbitan Sesquioleate

セスキオレイン酸ソルビタン

本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもので，モノエステル及びジエステルの混合物である．

性　状　本品は微黄色～淡黄褐色粘性の油状の液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦い．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくい．

本品は水に微細な油滴状となって分散する．

確認試験

（1）　本品 0.5 g にエタノール（95）5 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，石油エーテル 5 mL を加えて振り混ぜ，静置した後，上層及び下層を分取する．下層 2 mL に新たに製したカテコール溶液（1 → 10）2 mL を加えて振り混ぜ，更に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色～赤褐色を呈する．

（2）　（1）の上層を水浴上で加熱して石油エーテルを蒸発する．残留物に薄めた硝酸（1 → 2）2 mL を加え，30 ～ 35 ℃ でかき混ぜながら亜硝酸カリウム 0.5 g を加えるとき，液は白濁し，これを冷却するとき，結晶が析出する．

比　重〈*1.13*〉　d_{25}^{25}：0.960 ～ 1.020

けん化価〈*1.13*〉　150 ～ 168

純度試験

（1）　酸　本品 2.0 g に中和エタノール 50 mL を加え，水浴上で 1 ～ 2 回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 4.3 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（1 g，直接滴定，30 分間かき混ぜる）．

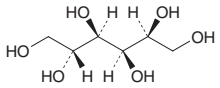
強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　気密容器．

D–ソルビトール

D–Sorbitol

D–ソルビット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D–Glucitol ［*50–70–4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，D–ソルビトール（$C_6H_{14}O_6$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粒，粉末又は結晶性の塊で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（7 → 10）1 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）1 mL に，新たに製したカテコール溶液（1 → 10）1 mL を加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

（3）　本品 0.5 g に無水酢酸 10 mL 及びピリジン 1 mL を加え，還流冷却器を付けて 10 分間煮沸した後，冷却し，水 25 mL を加えて振り混ぜ，冷所に放置する．この液を分液漏斗に移し，クロロホルム 30 mL を加えて抽出する．抽出液を水浴上で蒸発し，油状の残留物に水 80 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱し，熱時ろ過する．冷後，生じた沈殿をガラスろ過器（G3）を用いてろ取し，水で洗い，エタノール（95）から 1 回再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥するとき，その融点は 97 ～ 101 ℃ である．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品 5 g を水 20 mL に振り混ぜながら加温して溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 4.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5）　ニッケル　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（7）　ブドウ糖　本品 20.0 g を水 25 mL に溶かし，フェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．冷

後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄（Ⅲ）試液 20 mL に溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃に加熱し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は 6.3 mL 以下である．

（8） 糖類　本品 20.0 g を水 25 mL に溶かし，希塩酸 8 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液 2 滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．以下（7）を準用する．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.02 % 以下（5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器 気密容器．

D-ソルビトール液

D-Sorbitol Solution

D-ソルビット液

本品は定量するとき，表示量の 97 ～ 103 % に対応するD-ソルビトール（$C_6H_{14}O_6$：182.17）を含む．

性 状 本品は無色澄明の液で，においはなく，味は甘い．

本品は水，エタノール（95），グリセリン又はプロピレングリコールと混和する．

本品は結晶性の塊を析出することがある．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」0.7 g に対応する容量をとり，硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2） 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」1 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とした液 1 mL に，新たに製したカテコール溶液（1 → 10）1 mL を加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

純度試験

（1） 液性　本品は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」2.0 g に対応する容量をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」4.0 g に対応する容量をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」5.0 g に対応する容量をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5） ニッケル　本品の表示量に従い「D-ソルビトール」0.5 g に対応する容量をとり，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」1.5 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 5 mL とし，冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（7） ブドウ糖　本品の表示量に従い「D-ソルビトール」20.0 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 40 mL とし，フェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．冷後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄（Ⅲ）試液 20 mL に溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃に加熱し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は 6.3 mL 以下である．

（8） 糖類　本品の表示量に従い「D-ソルビトール」20.0 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 40 mL とし，希塩酸 8 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液 2 滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．以下（7）を準用する．

強熱残分〈2.44〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」5 g に対応する容量を正確に量り，硫酸 3 ～ 4 滴を加え，穏やかに加熱して蒸発させた後，点火して燃焼させ，冷後，残留物につき試験を行うとき，1 mg 以下である．

定 量 法 本品のD-ソルビトール（$C_6H_{14}O_6$）約 5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
　= 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯　法　容　　器　気密容器.

ダイズ油

Soybean Oil
OLEUM SOJAE

本品はダイズ *Glycine max* Merrill（*Leguminosae*）の種子から得た脂肪油である.

性　状　本品は微黄色澄明の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は－10 ～ －17 ℃ で凝固する.

脂肪酸の凝固点：22 ～ 27 ℃

比　重〈*1.13*〉　d_{25}^{25}：0.916 ～ 0.922

酸　価〈*1.13*〉　0.2 以下.

けん化価〈*1.13*〉　188 ～ 195

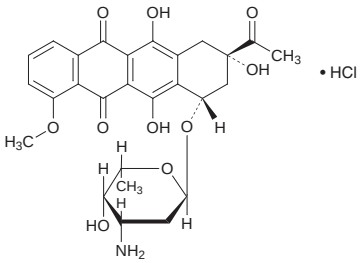
不けん化物〈*1.13*〉　1.0 % 以下.

ヨウ素価〈*1.13*〉　126 ～ 140

貯　法　容　　器　気密容器.

ダウノルビシン塩酸塩

Daunorubicin Hydrochloride
塩酸ダウノルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl：563.98
(2*S*, 4*S*)−2−Acetyl−4−(3−amino−2, 3, 6−trideoxy−α−L−*lyxo*−hexopyranosyloxy)−2, 5, 12−trihydroxy−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione monohydrochloride ［*23541−50−6*］

本品は，*Streptomyces peucetius* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 940 ～ 1050 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ダウノルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl）としての量を質量（力価）で示す.

性　状　本品は赤色の粉末である.

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダウノルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：＋250 ～ ＋275°（乾燥物に換算したもの 15 mg，メタノール，10 mL，100 mm）.

pH〈*2.54*〉　本品 0.15 g を水 30 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である.

純度試験

（1）　溶状　本品 20 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（3）　類縁物質　本品 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水/酢酸（100）混液（15：5：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを肉眼で観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　7.5 % 以下（0.1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）.

定量法　本品及びダウノルビシン塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

ダウノルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl）の量［μg(力価)］
　= $W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ダウノルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2−ナフタレンスルホン酸の移動相溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（31：19）にリン酸を加えて pH を 2.2 に調整する．

流量：ダウノルビシンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ダウノルビシンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

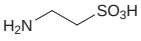
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

タウリン

Taurine

アミノエチルスルホン酸



$C_2H_7NO_3S$：125.15

2-Aminoethanesulfonic acid

[*107-35-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タウリン（$C_2H_7NO_3S$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶，若しくは白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 4.1 ～ 5.6 である．

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

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

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

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6）　鉄〈*1.10*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（7）　類縁物質　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/エタノール（99.5）/1-ブタノール/酢酸（100）混液（150：150：100：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，ホルムアルデヒド液 5 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

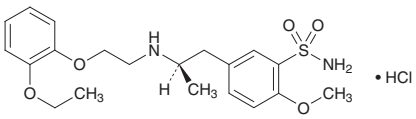
= 12.52 mg $C_2H_7NO_3S$

貯　法　容　　器　密閉容器．

タムスロシン塩酸塩

Tamsulosin Hydrochloride

塩酸タムスロシン



$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$：444.97

5-{(2*R*)-2-[2-(2-Ethoxyphenoxy)ethylamino]propyl}-2-methoxybenzenesulfonamide monohydrochloride

[*106463-17-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タムスロシン塩酸塩（$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶である．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 160000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同

一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（3 → 400）5 mL を氷冷後，希硝酸 3 mL を加えてよく振り混ぜ，室温で 30 分放置した後，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−17.5 ～ −20.5°（乾燥後，0.15 g，水，加温，冷後，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質

（i） 本品 50 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 700 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 300 mL を加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からタムスロシンの溶出終了までの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 10 mg を移動相 20 mL に溶かす．この液 2 mL を量り，移動相を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，タムスロシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

（ii） 類縁物質（i）の試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は類縁物質（i）の試験条件を準用する．

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 1000 mL を加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約 2.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：タムスロシンのピークの後からタムスロシンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は類縁物質（i）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，類縁物質（i）の移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，酢酸（100）/無水酢酸混液（3：2）75 mL を加え，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.50 mg $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$

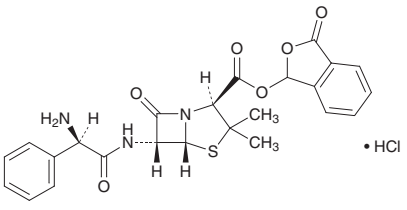
貯法 容器 密閉容器．

タランピシリン塩酸塩

Talampicillin Hydrochloride

塩酸アンピシリンフタリジル

塩酸タランピシリン



$C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$：517.98

3-Oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1-yl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride ［*47747-56-8*］

本品はアンピシリンのフタリジルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 600

～ 700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 30）1 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，振り混ぜて 5 分間放置した後，希硫酸 2 mL 及び 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタランピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 300）10 mL に希硝酸 1 mL を加えた後，硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+151 ～ +171°（脱水物に換算したもの 0.2 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をエタノール（99.5）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL，2 mL 及び 3 mL を正確に量り，それぞれにエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にテトラヒドロフラン/酢酸エチル/水/エタノール（95）混液（4：4：2：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たスポットと比較して総量を求めるとき，5 % 以下である．

（4）　2-ホルミル安息香酸　本品 50 mg をエタノール（99.5）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 2-ホルミル安息香酸 10 mg をエタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸（100）混液（4：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンの薄めた硫酸（6 → 25）溶液（1 → 500）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 2-ホルミル安息香酸のスポットは，標準溶液から得た 2-ホルミル安息香酸のスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉　3.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びタランピシリン塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．標準溶液は用時調製する．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを別々の 100 mL の共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 2.0 mL ずつを加えて正確に 15 分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸（1 → 10）2.0 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，更に正確に 15 分間放置した後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉する．必要ならば，デンプン試液 0.2 ～ 0.5 mL を加える．別に試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを別々の 100 mL の共栓フラスコに入れ，それぞれに 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉し，補正する．必要ならば，デンプン試液 0.2 ～ 0.5 mL を加える．試料溶液及び標準溶液の消費した 0.005 mol/L ヨウ素液の量（mL）をそれぞれ V_T 及び V_S とする．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (V_T / V_S) \times 1000$

W_S：タランピシリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　器　気密容器．

タルク
Talc

本品は天然の含水ケイ酸マグネシウムで，ときに少量のケイ酸アルミニウムを含む．

性　状　本品は白色～灰白色の微細な結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はなめらかな触感があり，皮膚につきやすい．

本品は水，エタノール（95）及びジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.9 g 及び炭酸カリウム 1.3 g を混ぜ，白金るつぼ又はニッケルるつぼ中で加熱し，完全に融解する．冷後，融解物を熱湯 50 mL でビーカーに移し，泡立たなくなるまで塩酸を加えた後，塩酸 10 mL を追加し，水浴上で蒸発乾固する．冷後，水 20 mL を加えて煮沸し，ろ過する．残留物にメチレンブルー溶液（1 → 10000）10 mL を加え，次に水で洗うとき，沈殿は青色を呈する．

（2）　（1）で得たろ液に塩化アンモニウム 2 g 及びアンモニア試液 5 mL を加え，必要ならばろ過し，リン酸水素二ナトリウム試液を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸可溶物 本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 20 mL を加え，50 ℃ で 15 分間かき混ぜながら加温し，冷後，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離し，この液 25 mL をとり，希硫酸 1 mL を加えて蒸発乾固し，800 ± 25 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，その量は 2.0 % 以下である．

（2） 液性及び水可溶物 本品 10.0 g に水 50 mL を加え，質量を量り，蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸し，冷後，水を加えて初めの質量とし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離する．ろ液は中性である．また，ろ液 20 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 4.0 mg 以下である．

（3） 水溶性鉄 （2）のろ液 10 mL に塩酸を加えて弱酸性とし，ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液を滴加するとき，液は青色を呈しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.5 g に希硫酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，ろ過し，初め希硫酸 5 mL，次に水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉 5.0 % 以下（1 g，450 ～ 550 ℃，3 時間）．

貯 法 容 器 密閉容器．

炭酸カリウム
Potassium Carbonate

K_2CO_3：138.21

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カリウム（K_2CO_3）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粒又は粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 2 mL 及び希塩酸 6 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 6 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） ナトリウム 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（4 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（3 g，180 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 69.10 mg K_2CO_3

貯 法 容 器 気密容器．

沈降炭酸カルシウム
Precipitated Calcium Carbonate

$CaCO_3$：100.09

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カルシウム（$CaCO_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の微細な結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水にほとんど溶けないが，二酸化炭素が存在すると溶解性を増す．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に泡立って溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を希塩酸 10 mL に溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品は炭酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品 5.0 g に水 50 mL を加え，かき混ぜながら，塩酸 20 mL を少量ずつ加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 200 mL とした後，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱し灰化するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を水 5 mL と混ぜ，徐々に塩酸 6 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 50 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 25 mL に希酢酸 2 mL，アンモニア試液 1 滴及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） バリウム 本品 1.0 g に水 10 mL を加え，かき混ぜながら，塩酸 4 mL を少量ずつ加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 40 mL とした後，ろ過する．ろ液につき，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を認めない．

（4） マグネシウム及びアルカリ金属 本品 1.0 g を水 20 mL 及び希塩酸 10 mL の混液に溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で 1 時間加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜ，ろ過する．ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加え，蒸発乾固し，残留物を 600 ℃ で恒量になるまで強

熱するとき，その量は 5.0 mg 以下である．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g を水 1 mL で潤し，希塩酸 4 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，180 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，水 20 mL 及び希塩酸 3 mL を加えて溶かす．次に水 80 mL，水酸化カリウム溶液（1 → 10）15 mL 及び NN 指示薬 0.05 g を加え，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 5.004 mg $CaCO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate
重曹
重炭酸ナトリウム

$NaHCO_3$：84.01

本品は定量するとき，炭酸水素ナトリウム（$NaHCO_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，特異な塩味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は湿った空気中で徐々に分解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 30）はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.9 ～ 8.4 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g に希硝酸 4 mL を加えて沸騰するまで加熱し，冷後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を加える（0.040 % 以下）．

（3） 炭酸塩 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え，15 ℃ 以下で極めて穏やかに揺り動かして溶かし，0.1 mol/L 塩酸 2.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は直ちに赤色を呈しない．

（4） アンモニウム 本品 1.0 g を加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g に水 5 mL 及び塩酸 4.5 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL，水 35 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 4.5 mL を蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g に水 3 mL 及び塩酸 2 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸を滴加し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 84.01 mg $NaHCO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

炭酸水素ナトリウム注射液

Sodium Bicarbonate Injection
重炭酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する炭酸水素ナトリウム（$NaHCO_3$：84.01）を含む．

製 法 本品は「炭酸水素ナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「炭酸水素ナトリウム」1 g に対応する容量をとり，水を加えて 30 mL とした液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.5

エンドトキシン〈4.01〉 5.0 EU/mEq 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の炭酸水素ナトリウム（$NaHCO_3$）約 2 g に対応する容量を正確に量り，0.5 mol/L 硫酸を滴加し，以下「炭酸水素ナトリウム」の定量法を準用する．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 84.01 mg $NaHCO_3$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

乾燥炭酸ナトリウム

Dried Sodium Carbonate

Na_2CO_3：105.99

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸ナトリウム（Na_2CO_3）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

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

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硝酸 12 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.071 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 7.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 7.5 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.65 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（3.1 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1.2 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 52.99 mg Na_2CO_3

貯 法 容 器　気密容器．

炭酸ナトリウム水和物

Sodium Carbonate Hydrate

炭酸ナトリウム

$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$：286.14

本品は定量するとき，炭酸ナトリウム水和物（$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$）99.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は空気中で風解する．

本品は 34 ℃ でその結晶水に溶け，100 ℃ 以上で結晶水を失う．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.071 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 8 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 8 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.65 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（3.1 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　61.0 ～ 63.0 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品約 3 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 143.1 mg $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$

貯 法 容 器　気密容器．

炭酸マグネシウム

Magnesium Carbonate

本品は含水塩基性炭酸マグネシウム又は含水正炭酸マグネシウムである．

本品は定量するとき，酸化マグネシウム（MgO：40.30）40.0 ～ 44.0 % を含む．

沈降試験を行うとき，12.0 mL の目盛以下のものは別名として重質炭酸マグネシウムと表示することができる．

性　状　本品は白色のもろい塊又は粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95），1-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に泡立って溶ける．

本品の飽和水溶液はアルカリ性である．

確認試験

（1） 本品 1 g を希塩酸 10 mL に溶かし，煮沸し，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，必要ならばろ過する．この液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品は炭酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 可溶性塩　本品 2.0 g をとり，1-プロパノール 40 mL 及び水 40 mL を加え，絶えずかき混ぜながら沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を水 4 mL で潤し，希塩酸 10 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL，希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（3） 鉄〈*1.10*〉　本品 0.10 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（200 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g を水 1.5 mL で潤し，希塩酸 3.5 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う

(5 ppm 以下).

(5) 酸化カルシウム　本品約 0.6 g を精密に量り，水 35 mL 及び希塩酸 6 mL を加えて溶かす．更に水 250 mL 及び L-酒石酸溶液 (1 → 5) 5 mL を加え，更に 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール溶液 (3 → 10) 10 mL，8 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL を加え，5 分間放置した後，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：NN 指示薬 0.1 g)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 0.5608 mg CaO

酸化カルシウム (CaO：56.08) の量は 0.6 % 以下である．

(6) 酸不溶物　本品 5.0 g をとり，水 75 mL を加え，かき混ぜながら塩酸 10 mL を少量ずつ加え，5 分間煮沸する．冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は 2.5 mg 以下である．

沈降試験　本品の 100 号 (150 μm) ふるいを通したもの 1.0 g をとり，底部から 150 mm のところに 50 mL の目盛りのある共栓メスシリンダーに入れ，水を加えて 50 mL とし，正確に 1 分間激しく振り混ぜて静置し，15 分間後の沈下物の高さ (mL の目盛り) を測定する．

定量法　本品約 0.4 g を精密に量り，水 10 mL 及び希塩酸 3.5 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験 (5) で得た酸化カルシウム (CaO) に対応する 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.015mg MgO

酸化カルシウム (CaO) 1 mg
= 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 0.36 mL

貯法　容器　密閉容器.

炭酸リチウム
Lithium Carbonate

Li_2CO_3：73.89

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸リチウム (Li_2CO_3) 99.5 % 以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，熱湯に溶けにくく，エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希酢酸に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 10.9 ～ 11.5 である．

確認試験

(1) 本品につき，炎色反応試験 (1)〈1.04〉を行うとき，持続する赤色を呈する．

(2) 本品 0.2 g を希塩酸 3 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びリン酸水素二ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸 2 mL を追加するとき，溶ける．

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) は炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

(1) 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

(2) 酢酸不溶物　本品 1.0 g をとり，希酢酸 40 mL に溶かし，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，水 10 mL ずつで 5 回洗い，ろ紙と共に強熱し，灰化するとき，その量は 1.5 mg 以下である．

(3) 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g をとり，水 10 mL 及び希硝酸 7 mL を加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.022 % 以下)．

(4) 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.40 g をとり，水 10 mL 及び希塩酸 4 mL を加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)．

(5) 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，水 5 mL を加え，かき混ぜながら徐々に塩酸 10 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 10 mL を加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (5 ppm 以下)．

(6) 鉄〈1.10〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．ただし，検液の調製には希塩酸 11 mL を用いる．比較液には鉄標準液 1.0 mL を

加える（10 ppm 以下）．

（7） アルミニウム　本品 5.0 g をとり，水 20 mL を加え，かき混ぜながら徐々に塩酸 15 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 50 mL を加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ液を A 液とする．別に塩酸 15 mL を水浴上で蒸発乾固する．以下同様に操作して得た液を B 液とする．A 液 10 mL に水 10 mL 及び pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加えて振り混ぜた後，L-アスコルビン酸溶液（1 → 100）1 mL，アルミノン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，よく振り混ぜて，10 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 0.1758 g に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 1.0 mL に B 液 10 mL 及び水を加えて 20 mL とし，pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加え，以下同様に操作する．

（8） バリウム （7）の A 液 20 mL に水 6 mL，希塩酸 0.5 mL，エタノール（95）3 mL 及び硫酸カリウム試液 2 mL を加えて 1 時間放置するとき，液の呈する混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化バリウム二水和物 17.8 mg に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 6 mL に（7）の B 液 20 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加え，以下同様に操作する．

（9） カルシウム　本品約 5 g を精密に量り，水 50 mL 及び塩酸 15 mL を加えて溶かし，煮沸して二酸化炭素を除き，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加え，更にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，4 時間放置する．生成した沈殿をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，洗液が塩化カルシウム試液で 1 分間以内に混濁を生じなくなるまで温湯で洗った後，沈殿をガラスろ過器と共にビーカーに入れ，ガラスろ過器が覆われるまで水を加え，更に硫酸 3 mL を加えて 70 ～ 80 ℃ に加温した後，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で 30 秒間持続する微紅色を呈するまで滴定するとき，カルシウム（Ca：40.08）の量は 0.05 % 以下である．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL
　= 2.004 mg Ca

(10) マグネシウム （7）の A 液 3.0 mL にチタンエロー溶液（1 → 1000）0.2 mL 及び水を加えて 20 mL とし，水酸化ナトリウム溶液（3 → 20）5 mL を加え，10 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸マグネシウム七水和物を 105 ℃ で 2 時間乾燥した後，450 ℃ で 3 時間加熱し，その 49.5 mg に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 6 mL に（7）の B 液 3 mL，チタンエロー溶液（1 → 1000）0.2 mL 及び水を加えて 20 mL とし，以下同様に操作する．

(11) カリウム　本品 1.0 g に水を加えて溶かし，100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（1 → 30）5 mL を加え，直ちに振り混ぜ，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム 9.5 mg に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 5 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

(12) ナトリウム　本品約 0.8 g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，試料原液とする．試料原液 25 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に塩化ナトリウム 25.4 mg を正確に量り，水を加えて溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．また試料原液 25 mL を正確に量り，標準溶液 20 mL を正確に加え，更に水を加えて正確に 100 mL とし，標準添加溶液とする．試料溶液及び標準添加溶液につき，炎光光度計を用い次の条件でナトリウムの発光強度を測定する．波長目盛りを 589 nm に合わせ，標準添加溶液をフレーム中に噴霧し，その発光強度 L_S が 100 近くの目盛りを示すように感度調節した後，試料溶液の発光強度 L_T を測定する．次に他の条件は同一にし，波長を 580 nm に変え，試料溶液の発光強度 L_B を測定し，次の式によりナトリウムの量を計算するとき，その量は 0.05 % 以下である．

ナトリウム（Na）の量（%）
$$= \{(L_T - L_B) / (L_S - L_T)\} \times (W' / W) \times 100$$

W：試料原液 25 mL 中の本品の量（mg）
W'：標準溶液 20 mL 中のナトリウムの量（mg）

(13) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，水 100 mL 及び 0.5 mol/L 硫酸 50 mL を正確に加え，静かに煮沸して二酸化炭素を除き，冷後，過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が黄色に変わるときとする（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 36.95 mg Li_2CO_3

貯 法 容 器 密閉容器．

単シロップ
Simple Syrup

本品は「白糖」の水溶液である．

製 法

白糖	850 g
精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，シロップ剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～微黄色の澄明な濃稠の液で，においはなく，味は甘い．

確認試験

（1） 本品を蒸発し，残留物 1 g を加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる．

（2） （1）で得た残留物 0.1 g に希硫酸 2 mL を加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びフェーリング試

液 3 mL を加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる．

比　重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.310 ～ 1.325

純度試験

（1） 人工甘味質　本品 100 mL に水 100 mL を加えて振り混ぜ，その 50 mL に希硫酸を加えて酸性とし，また，別の 50 mL に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とし，それぞれにジエチルエーテル 100 mL ずつを加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取して合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，更に蒸発乾固するとき，残留物は甘味がない．

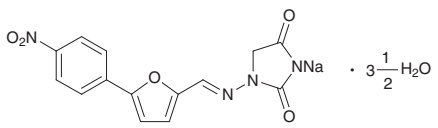
（2） サリチル酸　（1）の残留物に希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は紫色を呈しない．

貯　法　容　　器　気密容器．

ダントロレンナトリウム水和物

Dantrolene Sodium Hydrate

ダントロレンナトリウム



$C_{14}H_9N_4NaO_5 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：399.29

Monosodium 3-[5-(4-nitrophenyl)furan-2-ylmethylene]amino-2,5-dioxo-1,3-imidazolidinate hemiheptahydrate ［*14663-23-1*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ダントロレンナトリウム（$C_{14}H_9N_4NaO_5$：336.23）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は帯黄だいだい色～濃だいだい色の結晶性の粉末である．

本品はプロピレングリコールにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又は酢酸（100）に極めて溶けにくく，アセトン，テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

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

（3） 本品 0.1 g に水 20 mL 及び酢酸（100）2 滴を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ　本品約 0.7 g に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離又はメンブランフィルターを用いてろ過する．上澄液又はろ液の 5 mL をとり，水 45 mL，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき，赤色を呈しない．

（2） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg にテトラヒドロフラン 20 mL 及び酢酸（100）2 mL を加えて溶かし，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のダントロレン以外のピークの合計面積は，標準溶液のダントロレンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/酢酸（100）/エタノール（99.5）混液（90：10：9）

流量：ダントロレンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 5 mg 及びテオフィリン 0.1 g をテトラヒドロフラン 20 mL 及び酢酸（100）2 mL に溶かし，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，ダントロレンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たダントロレンのピーク高さがフルスケールの 10 ～ 40 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からダントロレンの保持時間の約 2 倍の範囲

水　分〈2.48〉 14.5 ～ 17.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.7 g を精密に量り，プロピレングリコール/アセトン混液（1：1）180 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 33.62 mg $C_{14}H_9N_4NaO_5$

貯　法　容　　器　気密容器．

単軟膏
Simple Ointment

製　法

ミツロウ	330 g
植物油	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性　状　本品は黄色で，弱いにおいがある．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

タンニン酸
Tannic Acid

本品は，通例，五倍子又は没食子から得たタンニンである．

性　状　本品は黄白色～淡褐色の無晶形の粉末，光沢のある小葉片又は海綿状の塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて渋い．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 400）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）5 mL ずつにそれぞれアルブミン試液 1 滴，ゼラチン試液 1 滴又はデンプン試液 1 mL を加えるとき，それぞれ沈殿を生じる．

純度試験

（1）　ゴム質，デキストリン又は糖類　本品 3.0 g を熱湯 15 mL に溶かすとき．液は混濁してもわずかである．この液を冷却してろ過し，ろ液 5 mL にエタノール（95）5 mL を加えるとき，液は混濁しない．更にジエチルエーテル 3 mL を追加するとき，混濁しない．

（2）　樹脂状物質　（1）のろ液 5 mL に水 10 mL を加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　12.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（0.5 g）．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

タンニン酸アルブミン
Albumin Tannate
タンナルビン

本品はタンニン酸とたん白質との化合物である．

本品はそのたん白質の基原を表示する．

性　状　本品は淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えるとき，混濁して溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.1 g にエタノール（95）10 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色～青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.1 g に硝酸 5 mL を加えるとき，液はだいだい黄色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 25 mL に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　脂肪　本品 2.0 g に石油ベンジン 20 mL を加え，15 分間強く振り混ぜてろ過し，ろ液 10 mL を水浴上で蒸発するとき，残留物は 50 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（0.5 g）．

消化試験　本品 1.00 g に含糖ペプシン 0.25 g 及び水 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，40 ± 1 ℃ の水浴中で 20 分間放置し，希塩酸 1.0 mL を加えて振り混ぜ，次に 40 ± 1 ℃ の水浴中に 3 時間放置した後，直ちに常温まで急冷し，ろ過する．残留物を水 10 mL ずつで 3 回洗い，デシケーター（シリカゲル）で 18 時間乾燥した後，105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 0.50 ～ 0.58 g である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

タンニン酸ジフェンヒドラミン
Diphenhydramine Tannate

本品はジフェンヒドラミンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン（$C_{17}H_{21}NO$：255.35）25.0 ～ 35.0 % を含む．

性　状　本品は灰白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 g に水 15 mL 及び希塩酸 0.3 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 10 mL を分液漏斗に入れ，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物の水溶液（1 → 100）5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　（1）の残留物の水溶液（1 → 100）10 mL に 2,4,6–トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，30 分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 128 ～ 133 ℃ である．

（3）　（1）の試料溶液 1 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する．

純度試験　重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 1.7 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL 及び希塩酸 3.0 mL を加え，よく振り混ぜて溶かした後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）20 mL を加え，更にイソオクタン 25 mL を正確に加え，5 分間激しく振り混ぜる．これに塩化ナトリウム 2 g を加え，振り混ぜて溶かし，静置する．イソオクタン層 20 mL を正確に量り，酢酸（100）80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

タンニン酸ベルベリン

Berberine Tannate

本品はベルベリンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン（$C_{20}H_{19}NO_5$：353.37）27.0 ～ 33.0 % を含む．

性　状　本品は黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g にエタノール（95）10 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青緑色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g にメタノール 10 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 0.4 mL を加えて溶かし，水を加えて 200 mL とする．この液 8 mL に水を加えて 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 酸　本品 0.10 g に水 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に水 38 mL 及び希硝酸 12 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に希硝酸 6 mL，ブロモフェノールブルー試液 10 ～ 15 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g に水 48 mL 及び希塩酸 2 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL，ブロモフェノールブルー試液 5 ～ 10 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たベルベリンのピーク面積が，標準溶液のベルベリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 6.0 % 以下（0.7 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 30 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン（$C_{20}H_{19}NO_5$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.9504$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL に溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン 1 mg ずつを移動相に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

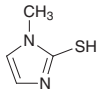
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

チアマゾール

Thiamazole



$C_4H_6N_2S$：114.17

1-Methyl-1*H*-imidazole-2-thiol ［*60-56-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チアマゾール（$C_4H_6N_2S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

確認試験

（1）　本品 5 mg を水 1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸（31）1 mL を加えるとき，液は青色となる．

（2）　本品の水溶液（1 → 200）2 mL に炭酸ナトリウム試液 1 mL 及び薄めたフォリン試液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は濃青色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　144 ～ 147 ℃

純度試験

（1）　セレン　本品 0.10 g をとり，薄めた硝酸（1 → 30）25 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，検液をビーカーに移す．水 25 mL で，C，B 及び A の内壁を洗い，洗液を検液に合わせる．この液を 10 分間静かに煮沸した後，室温まで冷却し，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセレン 40 mg をとり，薄めた硝酸（1 → 2）100 mL を加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 60）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 mL ずつを正確に量り，ビーカーにとり，それぞれにアンモニア水（28）を加えて pH を 1.8 ～ 2.2 とする．これに塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.2 g を加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に 2,3-ジアミノナフタリン試液 5 mL を加え，振り混ぜた後，100 分間放置する．それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水 10 mL で洗い，洗液を合わせ，シクロヘキサン 5.0 mL を加えて 2 分間よく振り混ぜて抽出する．シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く．これらの液につき，薄めた硝酸（1 → 60）40 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．標準溶液から得た液の波長 378 nm 付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 75 mL に溶かし，ビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を加え，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加えた後，ブロモチモールブルー試液 1 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 11.42 mg $C_4H_6N_2S$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

チアマゾール錠

Thiamazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の 94 ～ 106 % に対応するチアマゾール（$C_4H_6N_2S$：114.17）を含む．

製　法　本品は「チアマゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「チアマゾール」0.05 g に対応する量をとり，熱エタノール（95）20 mL を加え，

15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を水 10 mL に溶かし，必要ならばろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸（31）1 mL を加えるとき，液は青色となる．

（2） （1）の試料溶液 2 mL につき，「チアマゾール」の確認試験（2）を準用する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアマゾール（$C_4H_6N_2S$）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，水 80 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，水を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離し，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，ブロモチモールブルー試液 1 mL を加え，もし，液の色が青色となるときは，緑色となるまで 0.1 mol/L 塩酸を加えて中和する．この液にビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 4.5 mL を加え，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 15 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 11.42 mg $C_4H_6N_2S$

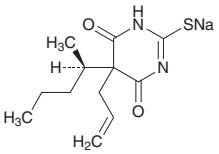
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33

Monosodium 5-allyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate ［*337-47-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，チアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）97.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は淡黄色の結晶又は粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 10.0 ～ 11.0 である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（7 → 1000000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を 11 ～ 13 mL の共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加え，密栓して静置し，時々穏やかに振り混ぜて溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL 及び 3 mL をそれぞれ正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール/酢酸エチル混液（40：7：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得た R_f 値 0.1 付近のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット，原点のスポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

定 量 法 本品約 0.25 g を精密に量り，メタノール 50 mL 及び希塩酸 5 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．別にチアミラール標準品を 105 ℃，1 時間乾燥し，その約 23 mg を精密に量り，メタノール 50 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10 \times 1.0864$

W_S：チアミラール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸フェニルのメタノール溶液（3 →

500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：289 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/pH 4.6 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（13：7）

流量：チアミラールの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミラール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

注射用チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するチアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33）を含む．

製　法　本品は「チアミラールナトリウム」100 及び「乾燥炭酸ナトリウム」7 を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は淡黄色の結晶，粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品 1.0 g にエタノール（95）20 mL を加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を水 1 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．また，この液を遠心分離し，上澄液を静かに取り除いた後，沈殿に希塩酸を滴加するとき，沈殿は泡立って溶ける．

（2）　本品 50 mg にエタノール（95）100 mL を加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 3 mL をとり，エタノール（95）を加えて 200 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 236 ～ 240 nm 及び 287 ～ 291 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 10.5 ～ 11.5 である．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g にエタノール（95）10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の純度試験（3）を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　1.0 EU/mg 未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個をとり，各々の容器を注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器を水で洗い，洗液は先の液と合わせ，1 mL 中にチアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）約 5 mg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とする．この液 5 mL を正確に量り，希塩酸 0.5 mL 及びメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の定量法を準用する．

本品 1 個中のチアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50) \times 1.0864$

W_S：チアミラール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液（3 → 500）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

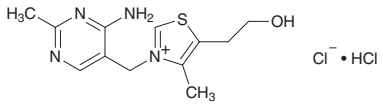
チアミン塩化物塩酸塩

Thiamine Chloride Hydrochloride

塩酸チアミン

チアミン塩酸塩

ビタミン B_1 塩酸塩



$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride ［*67-03-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はチアミン塩化物塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は 105 ℃ で 2 時間乾燥したチアミン塩化物塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれ水に溶かした後，水を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（4） 本品の水溶液（1 → 500）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.7 ～ 3.4 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 1.5 mL に水を加えて 1000 mL とする．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 硝酸塩 本品 0.5 g を水 25 mL に溶かし，この液 2 mL に硫酸 2 mL を加えて振り混ぜ，冷後，硫酸鉄（Ⅱ）試液を層積するとき，境界面に暗褐色の輪帯を生じない．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：チアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たチアミンのピーク面積が，標準溶液のチアミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チアミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 5.0 % 以下（30 mg，電量滴定法）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 50）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）1000 mL に溶かす．この液 600 mL にメタノール/アセトニトリル混液（3：2）400 mL を加える．

流量：チアミンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チアミン塩化物塩酸塩散

Thiamine Chloride Hydrochloride Powder

塩酸チアミン散

チアミン塩酸塩散

ビタミン B_1 塩酸塩散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応するチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27）を含む．

製　法　本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.02 g に対応する量をとり，水 50 mL 及び希酢酸 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．このろ液 5 mL につき「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定量法　本品のチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液 60 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱した後，10 分間激しく振り混ぜ，冷後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.1 g を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 200）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

チアミン塩化物塩酸塩注射液

Thiamine Chloride Hydrochloride Injection

塩酸チアミン注射液

チアミン塩酸塩注射液

ビタミン B_1 塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応するチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27）を含む．

製　法　本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：2.5 ～ 4.5

確認試験　本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.05 g に対応する容量をとり，水を加えて 25 mL とし，この液 5 mL につき，「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）約 20 mg に対応する容量を，必要ならば 0.001 mol/L 塩酸試液で薄めた後，正確に量り，メタノール 20 mL 及び 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.1 g を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノール 20 mL 及び 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 200）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

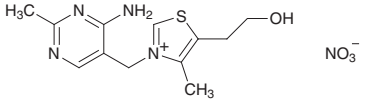
容　　器　密封容器．

チアミン硝化物

Thiamine Nitrate

硝酸チアミン

ビタミン B_1 硝酸塩



$C_{12}H_{17}N_5O_4S$：327.36

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium nitrate ［*532-43-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チアミン硝化物（$C_{12}H_{17}N_5O_4S$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 193 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL ずつに，ヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき赤褐色の沈殿又は混濁を生じ，2,4,6-トリニトロフェノール試液 1 mL を加えるとき黄色の沈殿又は混濁を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 500）1 mL に酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）1 mL を加えて加温するとき，液は黄色を経て褐色に変わり，放置するとき，黒褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.053 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.5 g に水 30 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて溶かし，これに水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 30 mL を加え，加温して溶かし，冷後，6 mol/L 酢酸試液 12 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥したもの及びチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チアミン硝化物（$C_{12}H_{17}N_5O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.9706$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 50）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）1000 mL に溶かす．この液 600 mL にメタノール/アセトニトリル混液（3：2）400 mL を加える．

流量：チアミンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

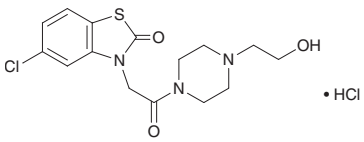
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チアラミド塩酸塩

Tiaramide Hydrochloride

塩酸チアラミド



$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$：392.30

5-Chloro-3-{2-[4-(2-hydroxyethyl)piperazin-1-yl]-2-oxoethyl}-1,3-benzothiazol-2(3*H*)-one monohydrochloride ［*35941-71-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チアラミド塩酸塩（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.5 である．

融点：約 265 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし，ドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，操作法における薄めた塩酸（1 → 2）の加える量を 20 mL とする（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール（7 → 10）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（7 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたエタノール（7 → 10）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 100 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ニュートラルレッド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は，液の赤色が紫色を経て青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.23 mg $C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

チアラミド塩酸塩錠

Tiaramide Hydrochloride Tablets

塩酸チアラミド錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$：355.84）を含む．

製 法 本品は「チアラミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 285 ～ 289 nm 及び 292 ～ 296 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従いチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）0.1 g に対応する量をとり，薄めたエタノール（99.5）（7 → 10）10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミド 0.11 g をとり，薄めたエタノール（7 → 10）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液，続いて薄めた硝酸（1 → 50）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）約 1 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液 $3V$/5 mL を加えて 60 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50) \times 0.907$

W_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg 錠では 15 分後，100 mg 錠では 30 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）約 56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠の 15 分間の溶出率及び 100 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ

80 % 以上である．

チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 360 \times 0.907$

W_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量（mg）
C：1 錠中のチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 60 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.11 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.907$

W_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

チアントール
Thianthol

本品はジメチルチアントレン及びジトルエンジスルフィドからなる．

本品は定量するとき，イオウ（S：32.07）23.5 ～ 26.5 % を含む．

性 状 本品は帯黄色の粘性の液で，不快でない弱いにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は，冷時，結晶を析出することがあるが，加温すると溶ける．

比重 d_{20}^{20}：1.19 ～ 1.23

確認試験 本品 0.1 g に硫酸 5 mL を注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，これに硝酸 5 ～ 6 滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる．

純度試験

（1） 液性 本品 10 g に水 20 mL を加え，振り混ぜて放置した後，分取して得た水層は中性である．

（2） 硫酸塩 （1）の水層 10 mL に塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 10 mg を精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 10）5 mL 及び過酸化水素試液 1.0 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

貯 法 容 器 気密容器．

複方チアントール・サリチル酸液
Compound Thianthol and Salicylic Acid Solution

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）1.8 ～ 2.2 w/v% 及びフェノール（C_6H_6O：94.11）1.8 ～ 2.2 w/v% を含む．

製 法

チアントール	200 mL
サリチル酸	20 g
フェノール	20 g
オリブ油	50 mL
エーテル	100 mL
石油ベンジン	適 量
全 量	1000 mL

「サリチル酸」及び「フェノール」を「エーテル」に溶かし，これに「チアントール」，「オリブ油」及び「石油ベンジン」を加え，溶解混和し，全量を 1000 mL とする．

性 状 本品は淡黄色の液で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品 1 mL を磁製皿にとり，水浴上で蒸発乾固する．これに硫酸 5 mL を注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，更に硝酸 5 ～ 6 滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる（チアントール）．

（2） 本品 10 mL に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液 0.5 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 50 mL とする．この液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．

（3） （2）の上層を更に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL で洗った後，希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する．この抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（4） 本品 1 mL にエタノール（95）10 mL を混和し，試料溶液とする．別にサリチル酸，フェノール及びチアントール 0.01 g ずつをそれぞれエタノール（95）5 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として，約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定 量 法　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）70 mL を加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.2 g 及び定量用フェノール約 0.2 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 5)$

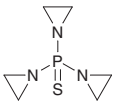
フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 5)$

W_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用フェノールの秤取量（mg）

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液（1 → 10000）
操作条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）
カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）
流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．
カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法
保存条件　遮光して，25 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

チオテパ
Thiotepa



$C_6H_{12}N_3PS$：189.22
Tris(aziridin-1-yl)phosphine sulfate　[*52-24-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオテパ（$C_6H_{12}N_3PS$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に七モリブデン酸六アンモニウム試液 1 mL を加えて放置するとき，液は冷時徐々に，温時速やかに暗青色を呈する．
（2）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に硝酸 1 mL を加えた液は，リン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．
（3）　本品 0.1 g を酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL の混液に溶かした後，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変し，液は灰赤色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　52 ～ 57 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし，硝酸 1 mL 及び硫酸 1 mL を加え，以下第 2 法により検液を調製し，試験を行う（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

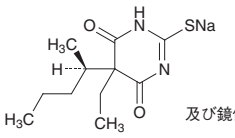
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，チオシアン酸カリウム溶液（3 → 20）50 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に加え，しばしば振り混ぜながら 20 分間放置した後，過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 6.307 mg $C_6H_{12}N_3PS$

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium



及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32

Monosodium 5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate ［*71-73-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品 0.2 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，酢酸鉛（Ⅱ）試液 2 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，加熱するとき沈殿は溶け，更に煮沸するとき，徐々に黒色の沈殿を生じる．また，この沈殿は硫化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.5 g を水 15 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発し，105 ℃ で 2 時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は 157 ～ 162 ℃ である．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を水 76 mL に溶かし，希塩酸 4 mL を加えて振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，ろ液 40 mL に酢酸アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL，酢酸アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3）　中性又は塩基性物質　本品約 1 g を精密に量り，水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.50 % 以下である．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチオペンタール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチオペンタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える．

流量：チオペンタールの保持時間が約 15 分になるように調整する．

面積測定範囲：チオペンタールの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たチオペンタールのピーク面積が，標準溶液のチオペンタールのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル 5 mg ずつをアセトニトリル 50 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チオペンタールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，エタノール（95）5 mL，希塩酸 10 mL を加え，クロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，前後のクロロホルム抽出液と合わせ，三角フラスコ中にろ過する．ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール（95）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム 160 mL にエタノール（95）30 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 26.43 mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

注射用チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するチオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32）を含む．

製　法　本品は「チオペンタールナトリウム」100 及び「乾燥炭酸ナトリウム」6 を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は淡黄色の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，無水ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，希塩酸を滴加するとき，泡立って溶ける．

（2）「チオペンタールナトリウム」の確認試験を準用する．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 10.2 ～ 11.2 である．

純度試験　「チオペンタールナトリウム」の純度試験を準用する．

乾燥減量 〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

無　菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個をとり，各々の容器は注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液のチオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$）約 15 mg に対応する容量 V mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた希水酸化ナトリウム試液（1 → 100）15 mL を加えた後，水を加えて正確に 30 mL とし，試料溶液とする．別に定量用チオペンタールを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 46 mg を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かした後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 304 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 個中のチオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (300 / V) \times 1.0907$

W_S：定量用チオペンタールの秤取量（mg）

貯　法

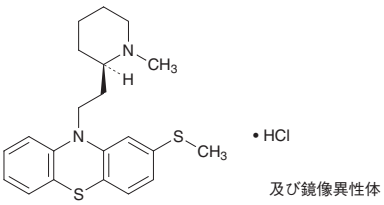
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

チオリダジン塩酸塩

Thioridazine Hydrochloride

塩酸チオリダジン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$：407.04

10-{2-[(2*RS*)-1-Methylpiperidin-2-yl]ethyl}-2-methylsulfanyl-10*H*-phenothiazine monohydrochloride

［*130-61-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チオリダジン塩酸塩（$C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品 0.01 g を水 2 mL に溶かし，硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 1 滴を加えるとき，液は青色を呈し，この色は過量の試液を加えると消える．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は，塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点 〈*2.60*〉　159 ～ 164 ℃

純度試験

（1）　重金属 〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素 〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は，直射日光を避けて行う．本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポ

ットする．次にクロロホルム/2-プロパノール/アンモニア水（28）混液（74：25：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.70 mg $C_{21}H_{26}N_2S_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チオ硫酸ナトリウム水和物

Sodium Thiosulfate Hydrate

チオ硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18

本品を乾燥したものは定量するとき，チオ硫酸ナトリウム（$Na_2S_2O_3$：158.11）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中では風解し，湿った空気中で潮解する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10）はチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

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

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を徐々に加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 15 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を沸騰するまで加熱し，熱時臭素試液を加え，液が澄明となり，臭素がわずかに過量となったとき，更に煮沸して臭素を除く．冷後，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加する．これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） カルシウム 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，シュウ酸アンモニウム試液 2 mL を加え，4 分間放置するとき，液は混濁しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g に硝酸 3 mL 及び水 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 32.0 ～ 37.0 %（1 g，減圧，40 ～ 45 ℃，16 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 15.81 mg $Na_2S_2O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

チオ硫酸ナトリウム注射液

Sodium Thiosulfate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するチオ硫酸ナトリウム水和物（$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18）を含む．

製 法 本品は「チオ硫酸ナトリウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はナトリウム塩及びチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉 容器に 10 mL を超えて充てんされたものは，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のチオ硫酸ナトリウム水和物（$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて 30 mL とし，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

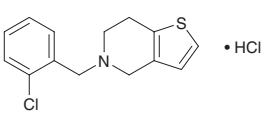
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 24.82 mg $Na_2S_2O_3$・$5H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．

チクロピジン塩酸塩

Ticlopidine Hydrochloride

塩酸チクロピジン



$C_{14}H_{14}ClNS$・HCl：300.25

5-(2-Chlorobenzyl)-4,5,6,7-tetrahydrothieno[3,2-*c*]pyridine monohydrochloride

[*53885-35-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チクロピジン塩酸塩（$C_{14}H_{14}ClNS$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチ

ルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.5 g を塩酸のメタノール溶液（1 → 20000）20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，塩酸のメタノール溶液（1 → 20000）を加えて正確に 200 mL とした液を標準溶液（1）とする．別に試料溶液 1 mL を正確に量り，塩酸のメタノール溶液（1 → 20000）を加えて正確に 50 mL とした液を標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（1）に，試料溶液及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（2）にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．薄層板（1）にニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，100 ℃で 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，薄層板（2）をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

（4） ホルムアルデヒド 本品 0.80 g を水 19.0 mL に溶かし，4 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.0 mL を加え，よく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上層をろ過する．ろ液 5.0 mL をとり，アセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて混和した後，40 ℃ で 40 分間加温するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ホルムアルデヒド液 0.54 g を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 8.0 mL に水を加えて 20.0 mL とし，ろ過する．ろ液 5.0 mL をとり，アセチルアセトン試液 5.0 mL を加え，以下同様に操作する．

水　分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

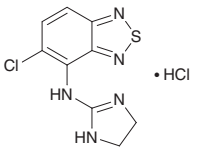
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.03 mg $C_{14}H_{14}ClNS \cdot HCl$

貯　法　容　器 密閉容器．

チザニジン塩酸塩

Tizanidine Hydrochloride

塩酸チザニジン



$C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$：290.17

5-Chloro-*N*-(4,5-dihydro-1*H*-imidazol-2-yl)-2,1,3-benzothiadiazole-4-amine monohydrochloride

[*64461-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チザニジン塩酸塩（$C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，無水酢酸又は酢酸（100）にほとんど溶けない．

融点：約 290 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の薄めた 1 mol/L アンモニア試液（1 → 10）溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 60 mg を水/アセトニトリル混液（17：3）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（17：3）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチザニジン以外のピークの面積は，標準溶液のチザニジンのピーク面積の 1/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：試料注入後，約 3 分間は 230 nm，それ以降は 318 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 12.5 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシル

シリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/ギ酸混液（200：1）にアンモニア水（28）を加えて pH 8.5 に調整する．

移動相 B：アセトニトリル/移動相 A 混液（4：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	81 → 68	19 → 32
10 ～ 13	68	32
13 ～ 26	68 → 10	32 → 90
26 ～ 28	10	90

流量：チザニジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチザニジンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（17：3）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たチザニジンのピーク面積が標準溶液のピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：本品及び *p*-トルエンスルホン酸一水和物 2 mg ずつを水/アセトニトリル混液（17：3）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，*p*-トルエンスルホン酸，チザニジンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チザニジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.2 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）60 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.02 mg $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

窒素

Nitrogen

N_2：28.01

本品は定量するとき，窒素（N_2）99.5 vol% 以上を含む．

性 状 本品は無色のガスで，においはない．

本品 1 mL は温度 20 ℃，気圧 101.3 kPa で水 65 mL 又はエタノール（95）9 mL に溶ける．

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.251 g である．

本品は不活性であり，空気中では燃えない．

確認試験 本品に燃えている木片を入れるとき，直ちに消える．

純度試験 二酸化炭素 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上 18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする．水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を管中に通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管にとり，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える．

定 量 法 本品の採取は純度試験を準用する．本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，酸素のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に酸素 1.0 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合して標準混合ガスとする．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，酸素のピーク面積 A_S を求める．

窒素（N_2）の量（vol%）= $100 - (A_T / A_S)$

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 250 ～ 350 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：酸素の保持時間が約 3 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に酸素 1.0 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき，試験を 5 回繰り返すとき，酸素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

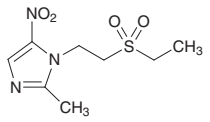
貯 法

保存条件 40 ℃ 以下で保存する．

容 器 耐圧金属製密封容器．

チニダゾール

Tinidazole



$C_8H_{13}N_3O_4S$：247.27

1-[2-(Ethylsulfonyl)ethyl]-2-methyl-5-nitro-1*H*-imidazole

[*19387-91-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チニダゾール（$C_8H_{13}N_3O_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　125 ～ 129 ℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える（0.043 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg をアセトン 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 100 ℃ で 5 分間加熱し，冷後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.73 mg $C_8H_{13}N_3O_4S$

貯　法

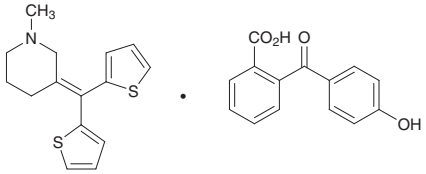
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

チペピジンヒベンズ酸塩

Tipepidine Hibenzate

ヒベンズ酸チペピジン



$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$：517.66

3-(Dithien-2-ylmethylene)-1-methylpiperidine mono[2-(4-hydroxybenzoyl)benzoate]　[*31139-87-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 5 mL に溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.3 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水 5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する．クロロホルム抽出液を合し，水 10 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に 1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL 及び水 5 mL を加えて溶かす．この液 2 mL にライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　189 ～ 193 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を酢酸（100）10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm におけ

る吸光度は 0.16 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）類縁物質

（i）本品 10 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/テトラヒドロフラン混液（32：13）

流量：チペピジンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンが溶出するまでの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 3 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，チペピジンとパラオキシ安息香酸プロピルの分離度は 3 以上である．

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

（ii）本品 10 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/酢酸アンモニウム溶液（1 → 500）混液（13：7）

流量：チペピジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンの保持時間の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 12 mg 及びキサンテン 4 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，キサンテンの順に溶出し，チペピジンとキサンテンの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チペピジンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，60 ℃，減圧，酸化リン（V），3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 51.77 mg $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

チペピジンヒベンズ酸塩錠

Tipepidine Hibenzate Tablets

ヒベンズ酸チペピジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するチペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$：517.66）を含む．

製 法 本品は「チペピジンヒベンズ酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ酸塩」44 mg に対応する量をとり，水 5 mL を加えて 1 分間振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する．全抽出液を合わせ，水 10 mL で洗った後，クロロホルム層をろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に 1 mol/L 塩酸試液 0.2 mL 及び水 2 mL を加えて溶かし，ライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ

酸塩」11 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）30 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間加温する．冷後，エタノール（99.5）を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 1 mL にエタノール（99.5）を加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 282 ～ 286 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液をとり，試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 3 時間乾燥し，その約 0.11 g を精密に量り，薄めたエタノール（3 → 4）80 mL を加えて，時々加温しながら溶かす．冷後，薄めたエタノール（3 → 4）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 900 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 286 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 360 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (20 / C)$

W_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量（mg）

C：1 錠中のチペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする，チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）約 22 mg に対応する量を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 2）10 mL 及びメタノール 30 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間加温する．冷後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 3 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 2）10 mL 及びメタノール 30 mL に溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸ジブカインのメタノール溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸（1 → 1000）溶液（1 → 500）/アセトニトリル/2-プロパノール混液（3：2：1）

流量：チペピジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，チペピジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

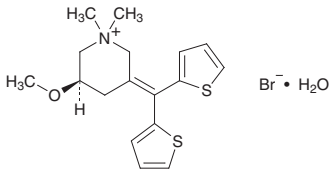
容　　器　気密容器．

チメピジウム臭化物水和物

Timepidium Bromide Hydrate

臭化チメピジウム

チメピジウム臭化物



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$：418.41

(5*RS*)-3-(Dithien-2-ylmethylene)-5-methoxy-1,1-dimethylpiperidinium bromide monohydrate

[*35035-05-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チメピジウム臭化物（$C_{17}H_{22}BrNOS_2$：400.40）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 5.3 ～ 6.3 である．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にニンヒドリン・硫酸試液 1 mL を加えるとき，本品は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペ

クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は臭化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水/酢酸（100）/酢酸エチル混液（5：4：1：1：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 3.5 ～ 5.0 %（0.4 g，容量適定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（2：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.04 mg $C_{17}H_{22}BrNOS_2$

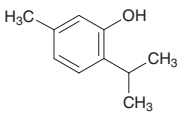
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チモール

Thymol



$C_{10}H_{14}O$：150.22

5-Methyl-2-(1-methylethyl)phenol ［*89-83-8*］

本品は定量するとき，チモール（$C_{10}H_{14}O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の塊で，芳香性のにおいがあり，舌をやくような味がある．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水に入れると沈み，加温すると融解して水面に浮く．

確認試験

（1） 本品の酢酸（100）溶液（1 → 300）1 mL に，硫酸 6 滴及び硝酸 1 滴を加えるとき，液は反射光で青緑色，透過光で赤紫色を呈する．

（2） 本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，数分間加熱を続けるとき，液は徐々に淡黄赤色を呈し，これを室温に放置するとき，暗黄褐色となる．この液にクロロホルム 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜるとき，液は次第に紫色を呈する．

（3） 本品に等量のカンフル又はメントールを加えてすり混ぜるとき，液化する．

融 点〈2.60〉 49 ～ 51 ℃

純度試験

（1） 不揮発性残留物 本品 2.0 g を水浴上で加熱して揮散し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（2） 他のフェノール類 本品 1.0 g に温湯 20 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は緑色を呈しても，青色～紫色を呈しない．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 50 mL 及び希硫酸 20 mL を加え，氷水中で 30 分間冷却する．次に 0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加え，直ちに密栓して暗所で時々振り混ぜながら氷水中に 30 分間放置した後，ヨウ化カリウム試液 14 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．ただし，滴定の終点近くでは密栓して激しく振り混ぜ，終点はクロロホルム層の青色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 3.755 mg $C_{10}H_{14}O$

貯 法

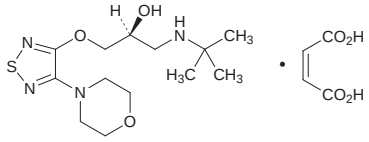
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チモロールマレイン酸塩

Timolol Maleate

マレイン酸チモロール



$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$：432.49

(2*S*)-1-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-3-(4-morpholin-4-yl-1,2,5-thiadiazol-3-yloxy)propan-2-ol monomaleate

［*26921-17-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チモロールマレイン

酸塩（$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はエタノール（99.5）にやや溶けやすい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 500）5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－5.7 ～ －6.2°（乾燥後，1.25 g，1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 4.3 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 440 nm における吸光度は 0.05 以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 30 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘキサンスルホン酸ナトリウム 1.9 g を水 1800 mL に溶かし，トリエチルアミン 6.0 mL 及びギ酸 8.0 mL を加え，更にギ酸を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 2000 mL とする．この液 1400 mL にメタノール 500 mL 及びアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：チモロールの保持時間が約 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチモロールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 25 μL から得たチモロールのピーク面積が標準溶液のチモロールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，チモロールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，2.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チモロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，100 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）90 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 43.25 mg $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器．

チンク油
Zinc Oxide Oil

本品は定量するとき，酸化亜鉛（ZnO：81.41）45.0 ～ 55.0 % を含む．

製　法

酸化亜鉛	500 g
植物油	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，研和して製する．ただし，植物油の一部の代わりに「ヒマシ油」又はポリソルベート 20 適量を用いることができる．

性　状　本品は白色～類白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験　本品をよく混和し，その 0.5 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

定量法　本品をよく混和し，その約 0.8 g を精密に量り，るつぼに入れ，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水 1 mL 及び塩酸 1.5 mL を加えて溶かした後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム

緩衝液 5 mL を加えた後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 4.071 mg ZnO

貯 法 容 器 気密容器．

ツバキ油

Camellia Oil
OLEUM CAMELLIAE
椿油

本品はヤブツバキ（ツバキ）*Camellia japonica* Linné（*Theaceae*）の種皮を除いた種子から得た脂肪油である．

性 状 本品は無色～微黄色澄明の油で，ほとんどにおい及び味がない．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

本品は－10 ℃ で一部分，－15 ℃ で全部凝固する．

比重 d_{25}^{25}：0.910 ～ 0.914

確認試験 本品 2 mL にあらかじめ室温にまで冷却した発煙硝酸/硫酸/水混液（1：1：1）10 mL を穏やかに加えるとき，境界面は帯青緑色を呈する．

酸 価〈1.13〉 2.8 以下．

けん化価〈1.13〉 188 ～ 194

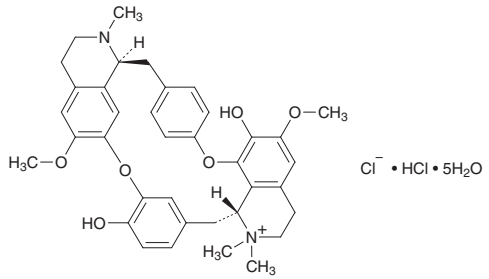
不けん化物〈1.13〉 1.0 % 以下．

ヨウ素価〈1.13〉 78 ～ 83

貯 法 容 器 気密容器．

ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物

Tubocurarine Chloride Hydrochloride Hydrate
塩化ツボクラリン
ツボクラリン塩化物



$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$：771.72
7′,12′-Dihydroxy-6,6′-dimethoxy-2,2′,2′-trimethyltubocuraranium chloride monohydrochloride pentahydrate ［*41354-45-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ツボクラリン塩化物塩酸塩（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl：681.65）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH〈2.54〉は 4.0 ～ 6.0 である．

融点：約 270 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2000）20 mL に硫酸 0.2 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて振り混ぜ，水浴上で 30 分間加熱するとき，液の色は黄色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL にライネッケ塩一水和物溶液（1 → 25）1 mL を加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はツボクラリン塩化物塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：＋210 ～ ＋220°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，3 時間放置後，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） クロロホルム可溶物 本品の乾燥物に換算して約 0.2 g を精密に量り，水 200 mL 及び炭酸水素ナトリウム飽和溶液 1 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水 10 mL で洗い，質量既知のビーカーに脱脂綿を用いてろ過し，クロロホルム 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 % 以下である．これに水 10 mL を加えるとき溶けないが，塩酸 1 mL を追加してかき混ぜるとき，溶ける．

乾燥減量〈2.41〉 9 ～ 12 %（0.5 g，減圧，酸化リン（V），105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.08 mg $C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ツボクラリン塩化物塩酸塩注射液

Tubocurarine Chloride Hydrochloride Injection

塩化ツボクラリン注射液

ツボクラリン塩化物注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するツボクラリン塩化物塩酸塩水和物（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$：771.72）を含む．

製　法　本品は「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とする．この液につき，「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」3 mg に対応する容量をとり，「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」の確認試験（2）を準用する．

（3）　本品の表示量に従い「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」3 mg に対応する容量をとり，水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 281 nm に吸収の極大を示し，253 ～ 257 nm に吸収の極小を示す．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+0.35 ～ +0.42°（200 mm）．ただし，本品の表示量に従い 1 mL 中「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」1 mg を含む溶液の数値に換算する．

pH〈*2.54*〉　3.6 ～ 6.0

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のツボクラリン塩化物塩酸塩水和物（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$）約 15 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．別にツボクラリン塩化物塩酸塩標準品（別途「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.1321$

W_S：乾燥物に換算したツボクラリン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法

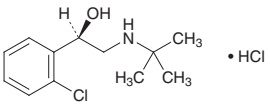
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　密封容器．

ツロブテロール塩酸塩

Tulobuterol Hydrochloride

塩酸ツロブテロール



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{18}ClNO$・HCl：264.19

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-2-(1,1-dimethylethyl)aminoethanol monohydrochloride

［*56776-01-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ツロブテロール塩酸塩（$C_{12}H_{18}ClNO$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 163 ℃

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.30 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製し，酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（200：9）の上層を用いて，あらかじめ上端まで展開した後，風乾する．これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（200：9）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

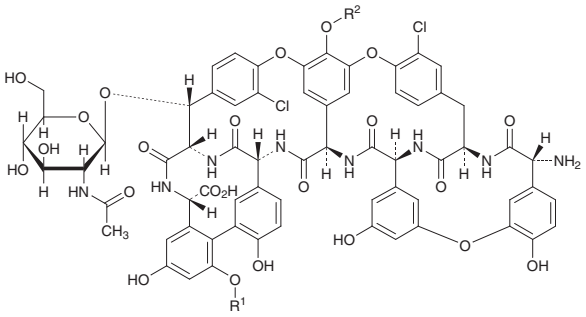
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L

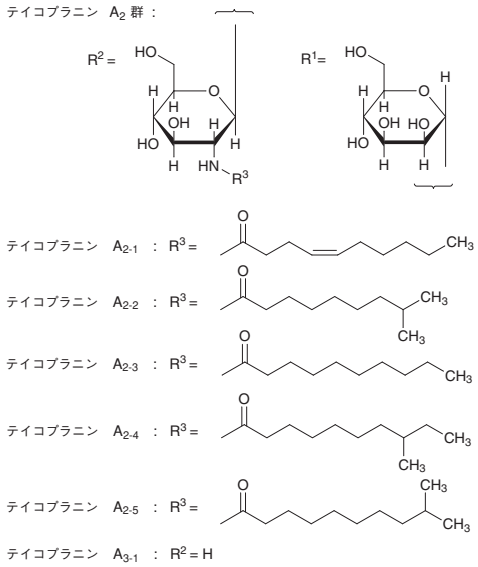
過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 26.42 mg $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$

貯　法　容　器　気密容器．

テイコプラニン
Teicoplanin





テイコプラニン　A_{2-1}

$C_{88}H_{95}Cl_2N_9O_{33}$：1877.64

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35S, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)−34−(2−Acetylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy)−15−amino−22, 31−dichloro−56−[2−(4*Z*)−dec−4−enoylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy]−6, 11, 40, 44−tetrahydroxy−42−(α−D−mannopyranosyloxy)−2, 16, 36, 50, 51, 59−hexaoxo−2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50 a−tetradecahydro−1*H*, 15*H*, 34*H*−20, 23 : 30, 33−dietheno−3, 18 : 35, 48−bis(iminomethano)−4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47−tetrametheno−28*H*−[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5−*m*][10, 2, 16]−benzoxadiazacyclotetracosine−38−carboxylic acid
[*91032−34−7*]

テイコプラニン　A_{2-2}

$C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$: 1879.66

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)−34−(2−Acetylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy)−15−amino−22, 31−dichloro−56−[2−deoxy−2−(8−methylnonanoylamino)−β−D−glucopyranosyloxy]−6, 11, 40, 44−tetrahydroxy−42−(α−D−mannopyranosyloxy)−2, 16, 36, 50, 51, 59−hexaoxo−2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a−tetradecahydro−1*H*, 15*H*, 34*H*−20, 23 : 30, 33−dietheno−3, 18 : 35, 48−bis(iminomethano)−4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47−tetrametheno−28*H*−[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5−*m*][10, 2, 16]−benzoxadiazacyclotetracosine−38−carboxylic acid
[*91032−26−7*]

テイコプラニン　A_{2-3}

$C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$: 1879.66

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)−34−(2−Acetylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy)−15−amino−22, 31−dichloro−56−(2−decanoylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy)−6, 11, 40, 44−tetrahydroxy−42−(α−D−mannopyranosyloxy)−2, 16, 36, 50, 51, 59−hexaoxo−2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a−tetradecahydro−1*H*, 15*H*, 34*H*−20, 23 : 30, 33−dietheno−3, 18 : 35, 48−bis(iminomethano)−4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47−tetrametheno−28*H*−[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5−*m*][10, 2, 16]−benzoxadiazacyclotetracosine−38−carboxylic acid
[*91032−36−9*]

テイコプラニン　A_{2-4}

$C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$: 1893.68

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)−34−(2−Acetylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy)−15−amino−22, 31−dichloro−56−[2−deoxy−2−(8−methyldecanoylamino)−β−D−glucopyranosyloxy]−6, 11, 40, 44−tetrahydroxy−42−(α−D−mannopyranosyloxy)−2, 16, 36, 50, 51, 59−hexaoxo−2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a−tetradecahydro−1*H*, 15*H*, 34*H*−20, 23∶30, 33−dietheno−3, 18∶35, 48−bis(iminomethano)−4, 8∶10, 14∶25, 28∶43, 47−tetrametheno−28*H*−[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5−*m*][10, 2, 16]−benzoxadiazacyclotetracosine−38−carboxylic acid
[*91032−37−0*]

テイコプラニン　A_{2-5}

$C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$∶1893.68

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)−34−(2−Acetylamino−2−deoxy−β−D−glucopyranosyloxy)−15−amino−22, 31−dichloro−56−[2−deoxy−2−(9−methyldecanoylamino)−β−D−glucopyranosyloxy]−6, 11, 40, 44−tetrahydroxy−42−(α−D−mannopyranosyloxy)−2, 16, 36, 50, 51, 59−hexaoxo−2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a−tetradecahydro−1*H*, 15*H*, 34*H*−20, 23 : 30, 33−dietheno−3, 18 : 35, 48−bis(iminomethano)−4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47−tetrametheno−28*H*−[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5−*m*][10, 2, 16]−benzoxadiazacyclotetracosine−38−carboxylic acid
[*91032−38−1*]

テイコプラニン　A_{3-1}

$C_{72}H_{68}Cl_2N_8O_{28}$: 1564.25

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-6, 11, 40, 44, 56-pentahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*93616-27-4*]

[*61036-62-2*, テイコプラニン]

本品は，*Actinoplanes teichomyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水，脱塩化ナトリウム及び脱残留溶媒物 1 mg当たり900 μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，テイコプラニン($C_{72\sim89}H_{68\sim99}Cl_2N_{8\sim9}O_{28\sim33}$)としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール(95)，アセトン，酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にニンヒドリン試液 2 mL を加え，5 分間加温するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（3 → 100）1 mL にアントロン試液 2 mL を徐々に加えて穏やかに振り混ぜるとき，液は暗褐色を呈する．

（3）　本品及びテイコプラニン標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとテイコプラニン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.3 ～ 7.7 である．

成分含量比　本品約 20 mg を水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，自動積分法によりテイコプラニン A_2 群のピーク面積の和 S_a テイコプラニン A_3 群のピーク面積の和 S_b 及びその他の成分のピーク面積の和 S_c を測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，テイコプラニン A_2 群は 80.0 % 以上，テイコプラニン A_3 群は 15.0 % 以下，及びその他の成分は 5.0 % 以下である．なお，テイコプラニンの各成分の溶出順及びテイコプラニン A_{2-2} に対する各成分の相対保持時間は次のとおりである．

成分名	溶出順	相対保持時間
テイコプラニン A_3 群		≦0.42
テイコプラニン A_{3-1}	1	0.29
テイコプラニン A_2 群		0.42<，≦1.25
テイコプラニン A_{2-1}	2	0.91
テイコプラニン A_{2-2}	3	1.00
テイコプラニン A_{2-3}	4	1.04
テイコプラニン A_{2-4}	5	1.17
テイコプラニン A_{2-5}	6	1.20
その他の成分		1.25<

テイコプラニンA_2群の量（%）

$= \{S_a / (S_a + 0.83S_b + S_c)\} \times 100$

テイコプラニンA_3群の量（%）

$= \{0.83S_b / (S_a + 0.83S_b + S_c)\} \times 100$

その他の成分の量（%）

$= \{S_c / (S_a + 0.83S_b + S_c)\} \times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 1650 mL に溶かし，アセトニトリル 300 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を用いて pH 6.0 に調整し，更に水を加えて 2000 mL とする．

移動相 B：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 550 mL に溶かし，アセトニトリル 1400 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を用いて pH 6.0 に調整し，更に水を加えて 2000 mL とする．

移動相の送液：試料注入前 10 分間は移動相 A を送液し，試料注入後は移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 32	100 → 70	0 → 30
32 ～ 40	70 → 50	30 → 50
40 ～ 42	50 → 100	50 → 0

流量：毎分約 1.8 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテイコプラニン A_{2-2} の保持時間の約 1.7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液から得たテイコプラニン A_{2-2} のピーク高さがフルスケールの約 90 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，テイコプラニン A_{3-1} のピークのシンメトリー係数は 2.2 以下である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，テイコプラニン A_{2-2}

のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　別に規定する．

（2） 塩化ナトリウム　本品約 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉し（指示薬：クロム酸カリウム試液 1 mL），塩化ナトリウムの量を求めるとき，5.0 % 以下である．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

（3） 重金属　別に規定する．

（4） ヒ素　別に規定する．

（5） 残留溶媒〈2.46〉　本品約 0.1 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，メタノール及びアセトン約 1 g ずつを精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，自動積分法により試料溶液のメタノールのピーク面積 A_1 及びアセトンのピーク面積 A_2，標準溶液のメタノールのピーク面積 A_{S1} 及びアセトンのピーク面積 A_{S2} を測定し，次式により本品中のメタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ 0.5 % 以下及び 1.0 % 以下である．

メタノールの量（%）

$$= W_{S1} \times (A_1 / A_{S1}) \times 0.001 \times (1 / W_{T1}) \times 100$$

W_{S1}：メタノールの秤取量（g）

W_{T1}：本品の秤取量（g）

アセトンの量（%）

$$= W_{S2} \times (A_2 / A_{S2}) \times 0.001 \times (1 / W_{T2}) \times 100$$

W_{S2}：アセトンの秤取量（g）

W_{T2}：本品の秤取量（g）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2 mm，長さ 3 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボンに 0.1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度で注入し，4 分間保った後，210 ℃ になるまで 1 分間に 8 ℃ の割合で昇温する．

検出器温度：240 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：メタノールの保持時間が約 2 分，アセトンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 4 μL から得たアセトンのピーク高さが，フルスケール付近になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 4 μL につき，上記の条件で操作するとき，メタノール，アセトンの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 4 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，アセトンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　15.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.75 EU/mg（力価）未満．

血圧降下物質　別に規定する．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液　テイコプラニン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 160 μg（力価）及び 40 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 160 μg（力価）及び 40 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

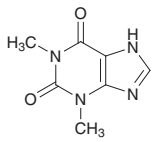
貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

テオフィリン

Theophylline



$C_7H_8N_4O_2$：180.16

1,3−Dimethyl−1*H*−purine−2,6(3*H*,7*H*)−dione　［*58*−*55*−*9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと

本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　271 ～ 275 ℃

純度試験

（1） 酸　本品 0.5 g に水 75 mL，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.0 mL 及びメチルレッド試液 1 滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g を *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 3 mL に溶かし，メタノール 10 mL を加え，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/クロロホルム/メタノール/1−ブタノール/アンモニア水（28）混液（3：3：2：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

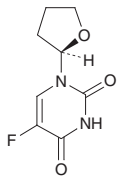
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え，振り混ぜた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

テガフール

Tegafur



及び鏡像異性体

$C_8H_9FN_2O_3$：200.17

5−Fluoro−1−[(2*RS*)−tetrahydrofuran−2−yl]uracil

[*17902−23−7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テガフール（$C_8H_9FN_2O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくい．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品のメタノール溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をメタノール/アセトン混液（1：1）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき同様の試験を行う．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

融　点〈*2.60*〉　166 ～ 171 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.2 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品 0.8 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，白金るつぼを用い，750 ～ 850 ℃ で強熱して灰化する（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 75 mL に溶かし，1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 25 mL を正確に加える．次に臭化カリウム 1.0 g

及び塩酸 12 mL を速やかに加え，直ちに密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置した後，ヨウ化カリウム 1.6 g を加え，穏やかに振り混ぜ，正確に 5 分間放置し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

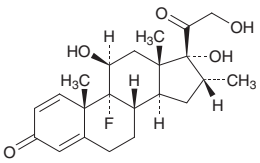
1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1 mL
＝ 10.01 mg $C_8H_9FN_2O_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

デキサメタゾン

Dexamethasone

デキサメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione［*50-02-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，デキサメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 10 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2）　本品 1 mg をエタノール（95）10 mL に溶かす．この液 2 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え，振り混ぜた後，60 ℃ の水浴中で 20 分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール（95）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデキサメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したデキサメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びデキサメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋86 ～ ＋94°（乾燥後，0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.18 g をアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 33 mL をとり，ギ酸アンモニウム 1.32 g を水 1000 mL に溶かし，ギ酸を加えて pH 3.6 に調整した液を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデキサメタゾン以外のピーク面積は標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のデキサメタゾン以外のピークの合計面積は標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム 1.32 g を水 1000 mL に溶かし，ギ酸を加えて pH 3.6 に調整する．この液 670 mL にアセトニトリル 330 mL を加える．

流量：デキサメタゾンの保持時間が約 13 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデキサメタゾンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たデキサメタゾンのピーク面積が，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デキサメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.2 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.2 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びデキサメタゾン標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれを薄めたメタノール（1 → 2）70 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するデキサ

メタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

デキサメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：デキサメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（2：1）

流量：デキサメタゾンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

デキストラン 40

Dextran 40

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約 40000 である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン 40 98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 3000）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物 〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3）　重金属 〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素 〈*1.11*〉　本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（5）　窒素　本品を乾燥し，その約 2 g を精密に量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 によって試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，0.010 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 45 mL とする．

（6）　還元性物質　本品を乾燥し，その 3.00 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その 0.450 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．それぞれの液 5 mL を正確に量り，アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液（1 → 40）1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え，0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量 〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

粘　度 〈*2.53*〉

（1）　デキストラン 40　本品を乾燥し，その 0.2 ～ 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，極限粘度は 0.16 ～ 0.19 である．

（2）　高分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 7 ～ 10 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，80 ～ 90 mL）を徐々に加える．次に 35 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1 ℃ で 15 時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.27 以下である．

（3）　低分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 90 ～ 93 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，115 ～ 135 mL）を徐々に加える．次に 25 ℃ で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.09 以上である．

抗原性試験　本品 10.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とし，滅菌し，試料溶液とする．体重 250 ～ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い，第 1 日目及び第 3 日目，第 5 日目に試料溶液 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する．第 15 日目に 2 匹，第 22 日目に残りの 2 匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内

に注射する．注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3 匹以上が死亡する．

発熱性物質〈*4.04*〉 本品 10.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とした液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

デキストラン 40 の量（mg） = α_D × 253.8

貯 法 容 器 気密容器．

デキストラン 40 注射液

Dextran 40 Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，デキストラン 40 9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

製 法

デキストラン 40	10 g
生 理 食 塩 液	適 量
全 量	100 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，わずかに粘性がある．

確認試験

（1） 本品 1 mL に水を加えて 200 mL とし，この液 1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても，液の色は変化しない．

（2） 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 4.5 ～ 7.0

粘 度〈*2.53*〉 本品 2 ～ 5 mL を量り，生理食塩液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び生理食塩液につき，25 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，極限粘度は 0.16 ～ 0.19 である．ただし，試料溶液の濃度（g/100 mL）は，定量法を準用して求める．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 30 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

本品 100 mL 中のデキストラン 40 の量（mg）
= α_D × 846.0

貯 法

保存条件 温度変化の著しい場所での保存は避ける．

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

デキストラン 70

Dextran 70

本品は*Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約 70000 である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン 70 98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 3000）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

pH〈*2.54*〉 本品 3.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（5） 窒素 本品を乾燥し，その約 2 g を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉によって試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 0.010 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 45 mL とする．

（6） 還元性物質 本品を乾燥し，その 3.00 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その 0.300 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．それぞれの液 5 mL を正確に量り，アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液（1 → 40）1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え，0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

粘　度〈2.53〉

（1）　デキストラン 70　本品を乾燥し，その 0.2 ～ 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，極限粘度は 0.21 ～ 0.26 である．

（2）　高分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 7 ～ 10 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，75 ～ 85 mL）を徐々に加える．次に 35 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1 ℃ で 15 時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.35 以下である．

（3）　低分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 90 ～ 93 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，110 ～ 130 mL）を徐々に加える．次に 25 ℃ で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.10 以上である．

抗原性試験　本品 6.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とし，滅菌し，試料溶液とする．体重 250 ～ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い，第 1 日目及び第 3 日目，第 5 日目に試料溶液 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する．第 15 日目に 2 匹，第 22 日目に残りの 2 匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する．注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3 匹以上が死亡する．

発熱性物質〈4.04〉　本品 6.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とした液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈2.49〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

デキストラン 70 の量（mg）= $\alpha_D \times 253.8$

貯　法　容　　器　気密容器．

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 5

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 5

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ 5

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 50）0.05 mL をトルイジンブルー溶液（1 → 100000）10 mL に滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（2）　本品の水溶液（1 → 1500）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+135.0 ～ +155.0°（乾燥物に換算したもの 1.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 2.5 g を水 50 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.090 以下である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.106 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品 0.10 g を水 6 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.6 mL を加え，水浴中で 4 分間加熱する．冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，10 分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水 6 mL を加え，以下同様に操作して製する（0.240 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

イオウ含量　本品約 1.0 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，塩酸 1.5 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩化バリウム液 20 mL を正確に加え，メタノール 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水 70 mL を加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液（1 → 20）10 mL，塩化アンモニウム試液 3 mL 及びアンモニア水（28）7 mL を加えた後，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T 試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ（S：32.07）の量は，換算した乾燥物に対し，3.0 ～ 6.0 % である．

0.02 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 0.6413 mg S

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

粘　度〈2.53〉 本品の換算した乾燥物約 1.5 g に対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液（29 → 500）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液（29 → 500）につき，25±0.02 ℃ で試験を行うとき，極限粘度は 0.030 ～ 0.040 である．

貯　法　容　　器　気密容器．

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 18

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 18

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ 18

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 50）0.05 mL をトルイジンブルー溶液（1 → 100000）10 mL に滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（2） 本品の水溶液（1 → 1500）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+90.0 ～ +110.0°（乾燥物に換算したもの 1.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.106 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.10 g を水 6 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.6 mL を加え，水浴中で 4 分間加熱する．冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，10 分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に水 6 mL を加え，以下同様に操作して製する（0.480 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

イオウ含量　本品約 0.5 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，塩酸 1.5 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩化バリウム液 20 mL を正確に加え，メタノール 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水 70 mL を加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液（1 → 20）10 mL，塩化アンモニウム試液 3 mL 及びアンモニア水 (28) 7 mL を加えた後，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T 試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ（S：32.07）の量は，換算した乾燥物に対し，15.0 ～ 20.0 % である．

0.02 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 0.6413 mg S

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

粘　度〈2.53〉 本品の換算した乾燥物 1.5 g に対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液（29 → 500）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液（29 → 500）につき，25±0.02 ℃ で試験を行うとき，極限粘度は 0.020 ～ 0.032 である．

貯　法　容　　器　気密容器．

デキストリン

Dextrin

性　状　本品は白色～淡黄色の無晶性の粉末又は粒で，わずかに特異なにおいがあり，やや甘味があり，舌上においても刺激がない．

本品は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験　本品 0.1 g に水 100 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液 5 mL にヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤褐色又は淡赤紫色を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 2.0 g をネスラー管にとり，水 40 mL を加えて加熱して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とした液は無色～淡黄色で，澄明であるか又は混濁することがあってもその濁度は次の比較液より濃くない．

比較液：0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 1 mL，水 46 mL 及び塩化バリウム試液 2 mL を加えて 10 分間放置し，振り混ぜて用いる．

（2） 酸　本品 1.0 g に水 5 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 80 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L

塩酸 0.30 mL を加える（0.013 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉（3）のろ液 45 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.019 % 以下）．

（5） シュウ酸塩　本品 1.0 g に水 20 mL を加え，加熱してから溶かし，冷後，酢酸（31）1 mL を加えてろ過し，ろ液 5 mL に塩化カルシウム試液 5 滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（6） カルシウム（5）のろ液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 5 滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（7） 重金属〈*1.07*〉本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 10 % 以下（0.5 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（0.5 g）．

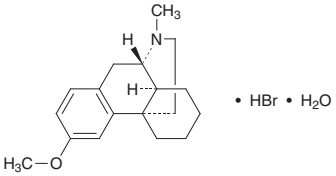
貯　法　容　　器　密閉容器．

デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物

Dextromethorphan Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸デキストロメトルファン

デキストロメトルファン臭化水素酸塩



$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$：370.32

(9*S*, 13*S*, 14*S*)−3−Methoxy−17−methylmorphinan monohydrobromide monohydrate ［*6700−34−1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デキストロメトルファン臭化水素酸塩（$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$：352.31）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約 126 ℃（116 ℃ の浴液中に挿入し，1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱を続ける．）

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 100）50 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，赤色を呈するまで，水酸化ナトリウム試液を加える．クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後，水層 40 mL をとり，希硝酸 5 mL を加えた液は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+26 ～ +30°（脱水物に換算したもの 0.34 g，水 20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） ジメチルアニリン　本品 0.50 g に水 20 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，希酢酸 2 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*,*N*−ジメチルアニリン 0.10 g に水 400 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて 500 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 200 mL とする．この液 1.0 mL に希酢酸 2 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とする．

（3） 重金属〈*1.07*〉本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） フェノール性化合物　本品 5 mg に希塩酸 1 滴及び水 1 mL を加えて溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 2 滴を加えて振り混ぜ，15 分間放置するとき，液は青緑色を呈しない．

（5） 類縁物質　本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸エチル/メタノール/ジクロロメタン/13.5 mol/L アンモニア試液混液（55：20：13：10：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 4.0 ～ 5.5 %（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

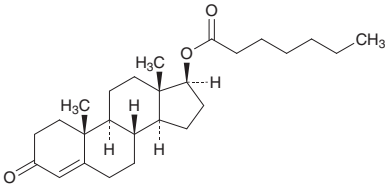
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.23 mg $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$

貯　法　容　　器　密閉容器．

テストステロンエナント酸エステル

Testosterone Enanthate

エナント酸テストステロン



$C_{26}H_{40}O_3$：400.59

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl heptanoate ［*315-37-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶若しくは結晶性の粉末又は微黄褐色の粘稠な液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95），1,4-ジオキサン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：約 36 ℃

確認試験　本品 25 mg に水酸化カリウムのメタノール溶液（1 → 100）2 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 1 時間加熱する．冷後，水 10 mL を加え，生じた沈殿を吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 151 ～ 157 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+77 ～ +88°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　**酸**　本品 0.5 g にブロモチモールブルー試液に対して中性としたエタノール（95）10 mL を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は淡青色である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

テストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）の量（mg）
$= (A / 426) \times 100000$

貯　法

保存条件　遮光して，30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

テストステロンエナント酸エステル注射液

Testosterone Enanthate Injection

エナント酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するテストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$：400.59）を含む．

製　法　本品は「テストステロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「テストステロンエナント酸エステル」0.05 g に対応する容量をとり，石油エーテル 8 mL を加え，薄めた酢酸（100）（7 → 10）10 mL ずつで 3 回抽出する．抽出液を合わせ，石油エーテル 10 mL で洗った後，その 0.1 mL に薄めた硫酸（7 → 10）0.5 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱する．冷後，これに塩化鉄（Ⅲ）・酢酸試液 0.5 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のテストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）約 25 mg に対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 25 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品約 25 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，イソニアジド試液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，45 分間放置する．これらの液につき，別にクロロホルム 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 380 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

テストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.1629$

W_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法

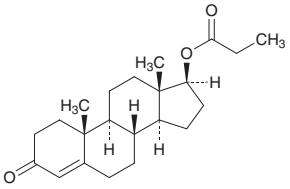
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

テストステロンプロピオン酸エステル

Testosterone Propionate

プロピオン酸テストステロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl propanonate ［*57-85-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+83 ～ +90°（乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　118 ～ 123 ℃

純度試験　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びテストステロンプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

テストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液（9 → 100000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（7：3）

流量：テストステロンプロピオン酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，テストステロンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

テストステロンプロピオン酸エステル注射液

Testosterone Propionate Injection

プロピオン酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 92.5 ～ 107.5 % に対応するテストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$：344.49）を含む．

製　法　本品は「テストステロンプロピオン酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　定量法の項の操作法に従って得た残留物にメタノール 20 mL を正確に加えて溶かした液を試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，クロロホルム/ジエチルアミン混液

(19：1) を展開溶媒として，約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量 〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌 〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（ⅰ） クロマトグラフィー管　内径約 1 cm，長さ約 18 cm のガラス管を用い，下部にはガラスろ過器（G3）を装着する．

（ⅱ） カラム　液体クロマトグラフィー用シリカゲル約 2 g をとり，ジクロロメタン 5 mL を加え，軽く振り混ぜる．これをジクロロメタンを用いてクロマトグラフィー管に洗い込み，液を流出させて充てんし，上部にろ紙を置く．

（iii） 標準溶液　テストステロンプロピオン酸エステル標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とする．

（iv） 試料原液　本品のテストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）約 20 mg に対応する容量を正確に量り，ジクロロメタンを加えて，正確に 20 mL とする．

（ⅴ） 操作法　試料原液 2 mL を正確に量り，準備したカラムに入れ，シリカゲル面まで液を流出させる．次にジクロロメタン 15 mL でクロマトグラフィー管の壁面を洗いながら，同様にジクロロメタンをシリカゲル面まで流出させた後，流出液は捨てる．ジクロロメタン/メタノール混液 (39：1) 15 mL を流し，最初の流出液 5 mL を除き，次の流出液を集める．流出が終わったクロマトグラフィー管の下部を少量のジクロロメタンで洗い，洗液は流出液と合わせ，減圧下で溶媒を留去する．残留物にメタノールを加えて溶かし，正確に 20 mL とした後，この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，以下「テストステロンプロピオン酸エステル」の定量法を準用する．

テストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

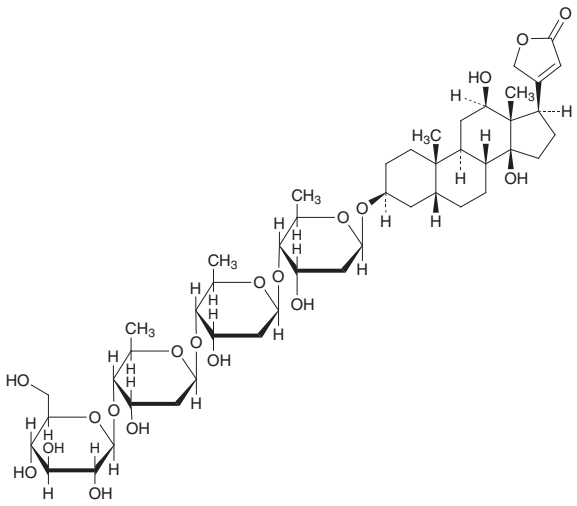
W_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　「プロゲステロン」のメタノール溶液（9 → 100000）

貯　法　容　器　密封容器．

デスラノシド

Deslanoside



$C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08

3β-[β-D-Glucopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide　[*17598-65-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）90.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は無水ピリジンに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験

（1） 溶状　本品 20 mg にエタノール（95）10 mL 及び水 3 mL を加え，加温して溶かし，冷後水を加えて 100 mL とした液は，無色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 10 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品 1.0 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポ

ットより大きくなく，かつ濃くない．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋6.5 ～ ＋8.5°（乾燥後，0.5 g，無水ピリジン，25 mL，100 mm）．

乾燥減量〈2.41〉 8.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定量法 本品及びデスラノシド標準品を乾燥し，その約 12 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 20 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを遮光した 25 mL のメスフラスコに入れ，2,4,6-トリニトロフェノール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール（1 → 4）を加えて 25 mL とし，18 ～ 22 ℃ で 25 分間放置する．これらの液につき，薄めたメタノール（1 → 5）5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 485 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

デスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：デスラノシド標準品の秤取量（mg）

貯法　容器　気密容器．

デスラノシド注射液
Deslanoside Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するデスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08）を含む．

製法 本品は「デスラノシド」をとり，10 vol% エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．本品は「グリセリン」を加えることができる．ただし，本品は 10 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「注射用水」適量を用いて製することができる．

性状 本品は無色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「デスラノシド」2 mg に対応する容量を分液漏斗にとり，この液 1 mL につき塩化ナトリウムを 0.2 g の割合で加え，クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，均一に混和する．この液 15 mL をとり，減圧でクロロホルムを留去し，残留物につき，「デスラノシド」の確認試験を準用する．

（2） （1）の残りのクロロホルム抽出液につき，減圧でクロロホルムを留去し，残留物をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品 1 mg をメタノール 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のデスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）約 3 mg に対応する容量を正確に量り，メタノール 5 mL 及び水を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．以下「デスラノシド」の定量法を準用する．

デスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：デスラノシド標準品の秤取量（mg）

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

テセロイキン（遺伝子組換え）
Teceleukin (Genetical Recombination)



$C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01

［*136279-32-8*］

本品の本質はヒトインターロイキン-2 cDNA の発現により大腸菌で製造される 134 個のアミノ酸からなるたん白質である．

本品は水溶液である．

本品は T-リンパ球活性化作用を有する．

本品は定量するとき，1 mL 中 7.7×10^6 ～ 1.54×10^7 単位を含み，たん白質 1 mg 当たり 7.7×10^6 単位以上を含む．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品適量を正確に量り，1 mL 中に約 200 単位を含むようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．テセロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗体をテセロイキン用力価測定用培地で薄め，約 200 中和単位/mL の濃度とし，インターロイキン-2 中和抗体溶液とする．試料原液にインターロイキン-2 中和抗体溶液を正確に等容量加えて振り混ぜた後，二酸化炭素 5 % を含む空気を充てんした培養器中で，37 ℃ で 1 時間放置し，試料溶液とする．試料原液にテセロイキン用力価測定用培地を正確に等容量加えて振り混ぜた後，同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，定量法により操作し，それぞれの希釈倍数 D_N 及び D_T を求め，次式により中和率を求

めるとき，90 % 以上である．

中和率（%）= {(D_T − D_N) / D_T} × 100

ただし，試料溶液について，最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値が標準曲線に対応しない場合は，中和率は下記の範囲として求める．

中和率（%）＞ {(D_T − 2) / D_T} × 100

（2） 本品のたん白質約 50 μg に対応する容量を，2 本の加水分解用試験管にとり，それぞれ減圧で蒸発乾固し，一方を試料（1）とする．もう一方に，室温で 1 時間放置したギ酸/過酸化水素（30）混液（9：1）50 μL を加え，4 時間氷冷した後，水 0.5 mL を加えて減圧で蒸発乾固し，試料（2）とする．メタンスルホン酸 1.3 mL に，水 3.7 mL を加えてよく混和した後，3-(2-アミノエチル）インドール 10 mg を加えて溶かし，4 mol/L メタンスルホン酸溶液とする．クエン酸三ナトリウム二水和物 39.2 g，塩酸 33 mL，チオジグリコール 40 mL 及びラウロマクロゴール溶液（1 → 4）4 mL を水 700 mL に溶かし，pH を 2.2 に調整した後，水を加えて 1000 mL とし，カプリル酸 100 μL を加えて混和し，希釈用クエン酸ナトリウム溶液とする．試料（1）及び試料（2）に，用時製した 4 mol/L メタンスルホン酸溶液 50 μL をそれぞれ加え，−70 ℃ に冷却した後，減圧で脱気する．これらの試験管を減圧で融封した後，115 ±2 ℃ で 24 時間加熱する．冷後，開封し，4 mol/L 水酸化ナトリウム試液 50 μL を加えた後，希釈用クエン酸ナトリウム溶液 0.4 mL を加え，それぞれ試料溶液（1）及び試料溶液（2）とする．別に L-アスパラギン酸，L-トレオニン，L-セリン，L-グルタミン酸，L-プロリン，グリシン，L-アラニン，L-バリン，L-メチオニン，L-イソロイシン，L-ロイシン，L-チロジン，L-フェニルアラニン，L-リジン塩酸塩，塩化アンモニウム，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物及び L-アルギニン塩酸塩をそれぞれ 0.25 mmol に対応する量，並びに L-シスチン 0.125 mmol に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，アミノ酸標準原液とする．この液 1 mL を正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に 25 mL とし，A 液とする．L-トリプトファン約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，B 液とする．A 液及び B 液をそれぞれ 10 mL ずつ正確に量って合わせ，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に 50 mL とし，アミノ酸標準溶液とする．別に L-システイン酸約 17 mg を精密に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に 100 mL とし，システイン酸標準溶液とする．試料溶液（1）及び試料溶液（2），アミノ酸標準溶液及びシステイン酸標準溶液 0.25 mL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液（1）から得たクロマトグラムには，構成する 18 種のアミノ酸のピークを認める．また，試料溶液（1）及びアミノ酸標準溶液の各アミノ酸のピーク面積を測定し，試料溶液（1）のアラニンのモル数を 5.0 としてアスパラギン酸，グルタミン酸，プロリン，グリシン，メチオニン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，トリプトファン及びアルギニンの濃度を求めて各アミノ酸のモル比を算出する．また，試料溶液（2）及びシステイン酸標準溶液のシステイン酸のピーク面積を測定し，システインの濃度を求め，試料溶液（2）のアラニンのモル数を 5.0 として，システインのモル比を算出する．それぞれの構成するアミノ酸のモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 11.4 ～ 12.6，グルタミン酸は 17.1 ～ 18.9，プロリンは 4.5 ～ 5.5，グリシンは 1.8 ～ 2.2，システインは 2.7 ～ 3.3，メチオニンは 4.5 ～ 5.5，ロイシンは 20.9 ～ 23.1，チロジンは 2.7 ～ 3.3，フェニルアラニンは 5.4 ～ 6.6，リジンは 10.5 ～ 11.6，ヒスチジンは 2.7 ～ 3.3，トリプトファンは 0.7 ～ 1.2 及びアルギニンは 3.6 ～ 4.4 である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計［測定波長：440 nm（プロリン）及び 570 nm（プロリン以外のアミノ酸）］

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：試料注入時は 50 ℃ 付近の一定温度．一定時間後に昇温し，62 ℃ 付近の一定温度

反応槽温度：98 ℃ 付近の一定温度

発色時間：約 2 分

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

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	18.70 g	10.50 g	7.10 g
クエン酸三ナトリウム二水和物	7.74 g	14.71 g	26.67 g
塩化ナトリウム	7.07 g	2.92 g	54.35 g
エタノール（99.5）	60 mL	−	−
ベンジルアルコール	−	−	10 mL
チオジグリコール	5 mL	5 mL	−
ラウロマクロゴール溶液（1 → 4）	4 mL	4 mL	4 mL
水	適量	適量	適量
pH	3.2	4.3	4.7
全量	1000 mL	1000 mL	1000 mL

移動相及びカラム温度の切り換え：アミノ酸標準溶液 0.25 mL につき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，アンモニア，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，シスチンとバリンの分離度が 2.0 以上，アンモニアとヒスチジンの分離度が 1.5 以上になるように，移動相 A，B，C を順次切り換える．また，グルタミン酸とプロリンの分離度が 2.0 以上になるように，一定時間後に昇温する．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 408 g を水に溶かし，酢酸（100）100 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．この液にジメチルスルホキシド 1200 mL 及び 2-メトキシエタノール 800 mL を加えて（Ⅰ）液とする．別にジメチルスルホキシド 600 mL 及び 2-メトキシエタノール 400 mL を混和した後，ニンヒドリン 80 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.15 g を加えて（Ⅱ）液とする．（Ⅰ）液 3000 mL に，20 分間窒素を通じた後，（Ⅱ）液 1000 mL を速やかに加え，10 分間窒素を通じ混和する．

移動相流量：毎分約 0.275 mL

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：アミノ酸標準溶液 0.25 mL につき，上記の条件で操作するとき，トレオニンとセリンの分離度は 1.5 以上である．

（3） 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1，3-プロパンジオール 0.242 g，ラウリル硫酸ナトリウム 5.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74 mg を水 60 mL に溶かす．1 mol/L 塩酸試液で pH を 8.0 とした後，水を加えて 100 mL とし，分子量測定用緩衝液とする．本品 20 μL を正確に量り，分子量測定用緩衝液 20 μL 及び 2-メルカプトエタノール 2 μL を正確に加え，水分を蒸発させないようにして 90 ～ 100 ℃ の水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）1 μL を正確に加え，振り混ぜて試料溶液とする．別にテセロイキン用分子量マーカー 5 μL を正確に量り，水 50 μL，分子量測定用緩衝液 55 μL 及び 2-メルカプトエタノール 5 μL をそれぞれ正確に加え，水分を蒸発させないようにして 90 ～ 100 ℃ の水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）1 μL を正確に加え，よく振り混ぜて分子量標準溶液とする．試料溶液及び分子量標準溶液 1 μL につき，SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法により試験を行うとき，主バンドの分子量は 14000 ～ 16000 の範囲である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽，負荷電圧を時間について積算する装置を備え，電流，電圧及び電力の制御を行える直流電源装置．

溶液のスポット：ポリアクリルアミドゲルシートの濃縮ゲル上に，溶液をスポットする．

泳動条件

ポリアクリルアミドゲルシート：幅約 43 mm，長さ約 50 mm，厚さ約 0.5 mm のポリアクリルアミドゲルが密着したポリエステル・シート．ポリアクリルアミドゲルは，ゲル担体濃度 7.5 %，架橋度 3 % の濃縮ゲルと，同様にそれぞれ 20 %，2 % の分離ゲルからなり，ゲル中に pH 6.5 トリス・酢酸緩衝液を含む．

電極用緩衝液：トリシン 35.83 g，2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.23 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 5.5 g を水に溶かし，1000 mL とする．

ゲル支持板の冷却温度：15 ℃

通電条件

前泳動時及び本泳動時：電圧，電流及び電力について，それぞれ 250 V，10 mA 及び 3 W を超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

試料添加直後：電圧，電流及び電力について，それぞれ 250 V，1 mA 及び 3 W を超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

泳動時間

試料添加前：負荷電圧を時間について積分した値が，60 V·h に達するまで．

試料添加直後：負荷電圧を時間について積分した値が，1 V·h に達するまで．

本泳動：負荷電圧を時間について積分した値が，140 V·h に達するまで．

固定及び染色

無水炭酸ナトリウム 25 g 及びホルムアルデヒド液 0.8 mL を水に溶かし 1000 mL とし，現像液とする．ポリアクリルアミドゲルシートをエタノール（99.5）/水/酢酸（100）混液（5：4：1）に 2 分間浸した後，水/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（17：2：1）に 2 分間浸す．液を交換し，更に 4 分間浸した後，水に 2 分間浸してポリアクリルアミドゲルシートを洗い，液を交換し 2 分間浸す．以上の操作は 50 ℃ に加温して行う．次に 40 ℃ に加温しながら，薄めた硝酸銀試液（1 → 7）に 10 ～ 15 分浸した後，30 ℃ に加温してポリアクリルアミドゲルシートを軽く水洗する．30 ℃ に加温しながらポリアクリルアミドゲルシートを用時製した現像液に浸し，適当な発色を得た後，薄めた酢酸（100）（1 → 20）にポリアクリルアミドゲルシートを浸し，発色を停止させる．

分子量の推定

分子量標準溶液から得た各バンドの，濃縮ゲルと分離ゲルの境界からの距離と，各バンドのたん白質の分子量の対数をグラフにプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，分子量を求める．

（4） 本品 3 μL 及びテセロイキン用等電点マーカー 8 μL につき，ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法により試験を行うとき，泳動位置から求められる等電点は 7.4 ～ 7.9 である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽及び定電力制御を行える直流電源装置．

ポリアクリルアミドゲルの調製：アクリルアミド 1.62 g 及び *N*,*N*′-メチレンビスアクリルアミド 50 mg を水に溶かし，25 mL とする．この液 7.5 mL 及びグリセリン 5 g に水を加えて 10 mL とした液 2 mL 並びに pH 3 ～ 10 用両性担体液 0.64 mL をそれぞれ正確に量り，よくかき混ぜながら減圧下で脱気する．次に用時製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液（1 → 50）74 μL，*N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチル

エチレンジアミン 3 μL 及び用時製したリン酸リボフラビンナトリウム溶液（1 → 1000）50 μL をそれぞれ正確に量り，かき混ぜた後，直ちに幅 10 cm，長さ 11 cm，厚さ 0.8 mm のゲル調製板に注ぎ，蛍光灯を照射して 60 分間放置し，ゲル化させる．

スポット

あらかじめ，ゲル調製板に幅 3.5 mm，長さ 3.5 mm，厚さ 0.4 mm のプラスチック製テープを貼り付け，ゲル化後形成されたこの大きさのウェルに，泳動開始から 30 分後に，本品又はテセロイキン用等電点マーカーを加える．

泳動条件

陰極用溶液：水酸化ナトリウム試液

陽極用溶液：DL-アスパラギン酸溶液（133 → 25000）

ゲル支持板の冷却温度：2 ± 1 ℃

通電条件：泳動開始後 20 分間は 10 W，以後 20 W の一定電力，ただし，電圧は 3000 V 以下

泳動時間：120 ～ 140 分間．ただし，泳動槽内に窒素を送風する．

固定及び洗浄

トリクロロ酢酸 28.75 g 及び 5-スルホサリチル酸二水和物 8.65 g をメタノール 75 mL 及び水 175 mL に溶かす．この液にゲルを 60 分間浸し，たん白質をゲルに固定する．固定した後，水/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（67：25：8）に 10 分間浸す．

染色及び脱色

クーマシーブリリアントブルー G-250 0.11 g をエタノール（99.5）25 mL に溶かし，酢酸（100）8 mL 及び水を加えて 100 mL とし，染色液とする．用時ろ過した染色液に 60 ℃ に加温しながらゲルを 10 分間浸し，染色した後，水/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（67：25：8）に浸し，脱色する．

等電点の決定

テセロイキン用等電点マーカーから得た各バンドの陰極からの距離と各たん白質の等電点をプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，等電点を求める．

pH〈*2.54*〉 2.7 ～ 3.5

純度試験

（1） 大腸菌由来たん白質 本品適量をとり，薄めた酢酸（100）（1 → 350）を正確に加え，1 mL 中にたん白質 0.68 ～ 0.72 mg を含む液とし，試料原液とする．2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール塩酸塩 1.52 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 10.94 g を水に溶かし，200 mL とする．ウシ血清アルブミン 0.5 g をこの液 25 mL に溶かし，2 w/v% ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液とする．試料原液 0.5 mL を正確に量り，炭酸ナトリウム試液 30 μL を正確に加えてかき混ぜた後，直ちに 2 w/v% ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液 0.47 mL を正確に加えて，試料溶液とする．薄めた酢酸（100）（1 → 350）10 mL を正確にとり，炭酸ナトリウム試液 0.6 mL を加え，2 w/v% ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液で正確に 20 mL とし，希釈溶液とする．希釈溶液に大腸菌由来たん白質原液を加え，1 mL 中に大腸菌由来たん白質約 15 ng を含む液とし，標準溶液（1）とする．この液を希釈溶液で順次正確に 2 倍希釈し，大腸菌由来たん白質濃度の異なる標準溶液（2）～（8）とする．ウシ血清アルブミン 0.5 g を pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かし，洗浄溶液とする．試料溶液，標準溶液（1）～（8）及びブランク標準溶液としての希釈溶液 0.1 mL ずつを正確に量り，それぞれ固相化プレートの 3 つのウェル（希釈溶液については 6 つのウェル）に入れ，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 5 ～ 16 時間静置する．次に各ウェルの液を吸引除去し，洗浄溶液 0.25 mL を加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．ペルオキシダーゼ標識抗体原液を 1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液で用時薄め，各ウェルに 0.1 mL ずつを正確に加え，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 16 ～ 24 時間静置する．次にウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液 0.25 mL を加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．各ウェルにテセロイキン用発色液 0.1 mL を正確に加えて，穏やかにかき混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で遮光して 30 分間静置する．次に各ウェルに薄めた硫酸（3 → 50）0.1 mL を正確に加えて水平方向に揺り動かして混ぜる．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 450 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 並びに波長 510 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する．横軸に，大腸菌由来たん白質の濃度（ng/mL）を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，各標準溶液から得た値（$A_{S2} - A_{S1}$）をプロットし，標準曲線を作成する．試料溶液から得た値（$A_{T2} - A_{T1}$）を標準曲線に対応させて，試料溶液中の大腸菌由来たん白質濃度 A を求め，平均し，次式により本品中のたん白質 1 mg 当たりの大腸菌由来たん白質の量を求めるとき，大腸菌由来たん白質は 5 ng 以下である．

たん白質 1 mg 当たりの大腸菌由来たん白質の量（ng）
= A / C

C：試料溶液中のたん白質濃度（mg/mL）

なお，希釈溶液から得た吸光度につき，次式から求めた吸光度を標準曲線に対応させて求めた大腸菌由来たん白質濃度が 0.3 ng/mL 以下のとき，試験を有効とする．

検出限界における吸光度
$$= \overline{X} + 3.3 \times \sqrt{\left\{\sum_{i=1}^{6} (X_i - \overline{X})^2\right\} / (6 - 1)}$$

X_i：希釈溶液から得た個々の吸光度
$\overline{X}$：希釈溶液から得た吸光度の平均値
6：マイクロプレート中の希釈溶液を入れたウェル数

（2）テトラサイクリン塩酸塩 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341 をテセロイキン用試験菌移植培地斜面に，2 回

連続して 35 ～ 37 ℃ で継代培養したものを，滅菌精製水を加えて 100 倍に薄め，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，5 日以内に使用する．試験菌液に滅菌精製水を加えて段階的に希釈し，その適量をテセロイキン用普通カンテン培地 100 mL に加えて予備試験を行い，テトラサイクリン塩酸塩を 1 mL 中に 0.5 μg（力価）含む標準溶液に対し阻止円を示す量を定めておき，この量を，一度溶かして 45 ～ 50 ℃ に冷却したテセロイキン用普通カンテン培地 100 mL に加えて混合する．この液 25 mL を，135 × 95 mm の角形ペトリ皿に分注し，水平に広げて固化する．このカンテン培地に，直径 6 mm のウェルを適当数作り，試験用平板とする．テセロイキン用普通カンテン培地 100 mL に加える試験菌液の量は，0.25 ～ 1.0 mL とする．テトラサイクリン塩酸塩標準品適量を正確に量り，水で正確に薄め，1 mg（力価）/mL の濃度の明らかな液を作る．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，4，2，1 及び 0.5 μg（力価）/mL の濃度の標準溶液とする．別に本品を，必要なら薄めた酢酸（100）（3 → 1000）で希釈，又は減圧濃縮し，たん白質濃度 0.8 ～ 1.2 mg/mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び各標準溶液 25 μL ずつを正確に量り，同一の試験用平板のウェルにそれぞれ加える．3 枚以上の試験用平板について同様に操作する．各試験用平板を室温で 30 ～ 60 分間放置した後，35 ～ 37 ℃ で 16 ～ 18 時間培養し，各阻止円の直径を 0.25 mm まで測定する．それぞれの液について，試験用平板間の平均値を求める．

横軸に各標準溶液の濃度を対数目盛でとり，縦軸に阻止円の直径をとったグラフにプロットし，標準曲線を作成する．本品の阻止円の直径を標準曲線に対応させて，本品中のテトラサイクリン塩酸塩の濃度 A を求める．次式により本品中のたん白質 1 mg 当たりのテトラサイクリン塩酸塩の量を求めるとき，0.7 μg（力価）以下である．ただし，阻止円を認めないか，認めてもその直径が 0.5 μg（力価）/mL の標準溶液のものより小さい場合，A を 0.5 μg（力価）/mL 以下とする．

たん白質 1 mg 当たりのテトラサイクリン塩酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl）の量［μg（力価）］
= A / P

P：試料溶液のたん白質濃度（mg/mL）

（3） デスメチオニル体　本品適量に水を加え，たん白質濃度約 0.17 mg/mL とし，試料溶液とする．この液 1.2 mL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．テセロイキンのピーク面積 A_2 及びテセロイキンに対する相対保持時間約 0.8 のデスメチオニル体のピーク面積 A_1 を自動積分法により測定し，次式によりデスメチオニル体の量を求めるとき，1.0 % 以下である．

デスメチオニル体の量（%）= $\{A_1 / (A_1 + A_2)\} \times 100$

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）
カラム：内径 7.5 mm，長さ 7.5 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんし，そのカラム 2 本を直列に接続する．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相 A：ジエタノールアミン 0.658 g を水 400 mL に混和し，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 9.0 に調整した後，水を加えて 500 mL とする．
移動相 B：pH 6 ～ 9 用両性担体液　2.6 mL 及び pH 8 ～ 10.5 用両性担体液　0.5 mL に水 300 mL を加えた後，薄めた塩酸（9 → 100）を加えて pH 7 に調整した後，水を加えて 400 mL とする．
移動相の切換え及び試料注入方法：移動相 A を送液しながら試料溶液を注入する．試料溶液は 0.11 mL ずつ 10 回繰り返し注入し，更に，100 μL を 1 回注入する．全量注入後，60 分間移動相 A を送液した後，移動相 B を送液する．試料溶液を測定した後，カラムの後処理及び洗浄のために，1 mol/L 塩化ナトリウム試液を 10 分間送液した後，移動相 A を送液しながら水酸化ナトリウム試液 100 μL を注入し，55 分間後に次の試料溶液の注入を開始する．
流量：テセロイキンの保持時間が 45 ～ 65 分になるように，移動相 B の流量を調整する．ただし，保持時間は，移動相 B に切換えた時点から測定する．
システム適合性
システムの性能：ウマ心臓由来で等電点が 6.76 及び 7.16 の 2 種ミオグロビンの混合物を水に溶かし，約 0.5 mg/mL の濃度とする．この液 50 μL，本品 50 μL 及び水 1.47 mL を混和する．この液 1.2 mL につき，上記の条件で操作するとき，ミオグロビン，テセロイキンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離する．

（4） 二量体　本品 20 μL に 0.2 % ラウリル硫酸ナトリウム試液 20 μL を加えて試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．テセロイキンのピーク面積 A_2 及びテセロイキンに対する相対保持時間 0.8 ～ 0.9 の二量体のピーク面積 A_1 を自動積分法により測定し，次式により二量体の量を求めるとき，1.0 % 以下である．

二量体の量（%）= $\{A_1 / (A_1 + A_2)\} \times 100$

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 7.5 mm，長さ 60 cm のステンレス管に粒径 10 μm の液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸ナトリウム緩衝液に溶かし，1000 mL とする．
流量：テセロイキンの保持時間が 30 ～ 40 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：炭酸脱水酵素 5 mg 及び α−ラクトアルブミン 5 mg を水 100 mL に溶かした液 20 μL に，0.2 % ラウリル硫酸ナトリウム試液 20 μL を加える．この液 20 μL につき，上記の条件で操作

するとき，炭酸脱水酵素，α–ラクトアルブミンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とした液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，テセロイキンのピーク面積の相対標準偏差は 7 % 以下である．

（5）その他の異種たん白質　本品 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テセロイキン及び溶媒のピーク以外のピークの合計量は，1.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸の水/アセトニトリル混液（19：1）溶液（1 → 1000）

移動相 B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル溶液（7 → 10000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合液を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 12	60 → 50	40 → 50
12 ～ 25	50	50
25 ～ 45	50 → 0	50 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：1.0 mL/分

面積測定範囲：テセロイキンの保持時間の約 1.2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品 83.6 μL に水 3.8 μL 及びポリソルベート 80 溶液（1 → 100）16.6 μL を加え，1 時間以上静置する．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，テセロイキンのピークに対する相対保持時間約 0.98 のピークとテセロイキンのピークは完全に分離する．

（6）酢酸　本品 0.25 mL を正確に量り，内標準溶液 0.25 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に酢酸（100）3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め，次式により本品 1 mL 中の酢酸（$C_2H_4O_2$）の量を求めるとき，2.85 ～ 3.15 mg である．

本品 1 mL 中の酢酸（$C_2H_4O_2$）の量（mg）

$= (Q_T / Q_S) \times 1.5 \times 1.049 \times 2$

1.5：標準溶液の酢酸（100）濃度（μL/mL）

1.049：25 ℃ における酢酸（100）の密度（mg/μL）

2：希釈倍率

内標準溶液　薄めたプロピオン酸（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 1.2 mm，長さ 40 m のガラス管の内面に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを化学結合させて被覆し，厚さ 1.0 μm としたもの．

カラム温度：110 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：酢酸の保持時間が約 8 分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 5 % 以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　たん白質 1 mg 当たり 5 EU 未満．

比 活 性　本品適量を正確に量り，1 mL 中に約 0.1 mg を含むように正確に水を加え，試料溶液とする．別に定量用ヒト血清アルブミン約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，0.05，0.10 及び 0.15 mg/mL の濃度の標準溶液とする．試料溶液，各標準溶液及び水それぞれ 1 mL ずつを正確に量り，アルカリ性銅溶液 2.5 mL を加えて振り混ぜ，10 分以上放置して溶かし，水 2.5 mL 及び薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加え，直ちに激しく振り混ぜ，37 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．標準溶液の濃度を x，吸光度を y とし，それぞれの逆数を用いて直線回帰を行い，本品のたん白質量を求める．

定量法により求めた力価とたん白質量の比を求める．

定 量 法　本品適量を正確に量り，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10 ～ 50 単位/mL の一定濃度（推定値）とし，試料溶液とする．別にインターロイキン–2 標準品に滅菌精製水 1 mL を正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10 ～ 50 単位/mL の一定濃度とし，標準溶液とする．テセロイキン用力価測定用培地を，マイクロプレートの 8 個のウェルを除く全ウェルに正確に 50 μL ずつ加える．試料溶液及び標準溶液を正確に 50 μL ずつ，それぞれについてテセロイキン用力価測定用培地を入れた 2 個のウェルに加える．それら 4 個のウェルから正確に 50 μL ずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな 4 個のウェルに加える．更に，それら 4 個のウェ

ルから正確に 50 μL ずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな 4 個のウェルに加える操作を繰り返し，試料溶液及び標準溶液のそれぞれ 1/2，1/4，1/8，1/16，1/32，1/64，1/128 及び 1/256 の希釈液を 2 ウェルずつ作る．空の 8 個のウェルに標準溶液 50 μL ずつを加え，最大取込み対照液とする．テセロイキン用力価測定用培地のみを加えたウェル 8 個を最小取込み対照液とする．テセロイキン用細胞懸濁液をマイクロプレートの全ウェルに正確に 50 μL ずつを加えた後，二酸化炭素 5 % を含む空気を充てんした培養器中で，37 ℃ で 15 ～ 17 時間放置する．MTT 試液をマイクロプレートの全ウェルに正確に 25 μL ずつ加えた後，二酸化炭素 5 % を含む空気を充てんした培養器中で，37 ℃ で 4 時間放置する．マイクロプレートの各ウェルの培養液を，それぞれ空のマイクロプレートに移す．培養液を除去して空になったマイクロプレートの各ウェルに，塩酸・2–プロパノール試液 100 μL ずつを加え，マイクロプレートを 5 分間水平方向に揺り動かして混ぜ，色素を溶出させる．移しかえた培養液を元の各ウェルに戻した後，各ウェルの液について，波長 560 nm における吸光度と波長 690 nm における吸光度の差を測定し，それぞれ同一の溶液 2 ウェル（試料溶液及び標準溶液の希釈液）又は 8 ウェル（最大取込み対照液及び最小取込み対照液）の平均値を求める．横軸に試料溶液のマイクロプレート上での希釈倍数を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，試料溶液の各希釈液から得た値をプロットし，標準曲線を作成する．最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値を求め，この値を標準曲線に対応させて，その希釈倍数 D_T を求める．標準溶液の希釈液についても同様のプロットを行い，希釈倍数 D_S を求め，次式により，1 mL 中の力価を求める．

本品 1 mL 中のテセロイキンの力価（単位）
$= S \times (D_T / D_S) \times d$

S：標準溶液の濃度（単位/mL）
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数

貯　法
保存条件　−70 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

注射用テセロイキン（遺伝子組換え）
Teceleukin for Injection (Genetical Recombination)

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 70.0 ～ 150.0 % に対応するテセロイキン（遺伝子組換え）（$C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01）を含む．

製　法　本品は「テセロイキン（遺伝子組換え）」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品 1 個の内容物を滅菌精製水 1 mL に溶かし，表示量に従い 1 mL 中に「テセロイキン（遺伝子組換え）」約 200 単位を含む液となるようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．以下「テセロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（1）を準用する．

（2）　2–アミノ–2–ヒドロキシメチル–1,3–プロパンジオール 0.242 g，ラウリル硫酸ナトリウム 5.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.074 g を水 60 mL に溶かす．1 mol/L 塩酸試液で pH を 8.0 とした後，水を加えて 100 mL とし，分子量測定用緩衝液とする．本品 1 個の内容物を水 1 mL で正確に溶かし，その 100 μL を正確に量り，分子量測定用緩衝液 100 μL 及び 2–メルカプトエタノール 10 μL を正確に加え，水分を蒸発させないようにして水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）1 μL を正確に加え，試料溶液とする．以下「テセロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（3）を準用して試験するとき，分子量 14000 ～ 16000 の範囲にバンドを認める．

pH 〈*2.54*〉　本品 1 個の内容物を水 1 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 7.7 である．

純度試験　溶状　本品 1 個の内容物を水 1 mL に溶かした液は，無色澄明である．

乾燥減量　生物学的製剤基準　一般試験法　含湿度測定法により試験を行うとき，含湿度は 3 % 以下である．ただし，相対湿度 10 % 以下の空気中で検体をはかりびんに入れる．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　5 EU/35 万単位未満．

製剤均一性 〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，$|M - A| = 0$ とする．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 1 個の内容物に滅菌精製水 1 mL を正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地で正確に薄め，10 ～ 50 単位/mL の一定濃度（推定値）として試料溶液とする．以下「テセロイキン（遺伝子組換え）」の定量法を準用する．ただし，本品 1 個中のテセロイキンの含量（単位）は次式により求める．

1 個中のテセロイキンの量（単位）
$= S \times (D_T / D_S) \times d \times 1$

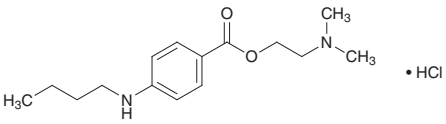
S：標準溶液の濃度（単位/mL）
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数
1：試料溶液の液量（mL）

貯　法
保存条件　遮光して凍結を避けて，10 ℃ 以下で保存する．
容　　器　密封容器．

テトラカイン塩酸塩

Tetracaine Hydrochloride

塩酸テトラカイン



$C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl：300.82

2-(Dimethylamino)ethyl 4-(butylamino)benzoate monohydrochloride ［*136-47-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テトラカイン塩酸塩（$C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦く，舌を麻ひする．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

融点：約 148 ℃

確認試験

（1）　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かし，アンモニア試液 5 mL を加えて振り混ぜた後，冷所に放置後，析出した結晶をろ取し，ろ液が中性となるまで水で洗い，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 42 ～ 44 ℃ である．

（2）　本品 0.1 g を水 8 mL に溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液 3 mL を加えるとき，結晶性の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，80 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 130 ～ 132 ℃ である．

（3）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，30 ℃ の水浴中で 15 分間放置し，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

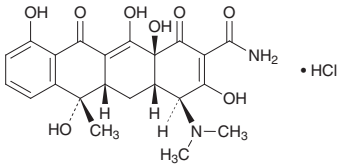
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.08 mg $C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl

貯 法 容 器　気密容器．

テトラサイクリン塩酸塩

Tetracycline Hydrochloride

塩酸テトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl：480.90

(4*S*,4a*S*,5a*S*,6*S*,12a*S*)-4-Dimethylamino-3,6,10,12,12a-pentahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride ［*64-75-5*］

本品は，*Streptomyces aureofaciens* の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，テトラサイクリン塩酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は，黄色～帯微褐黄色の結晶性の粉末である．

本品は，水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 1.8 ～ 2.8 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 25 mg をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテトラサイクリン以外

の各々のピーク面積は標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．またテトラサイクリン以外の各々のピークの合計面積は標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテトラサイクリンの保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の 1 ～ 5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1.0 g）．

定 量 法　本品及びテトラサイクリン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

テトラサイクリン塩酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン–ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.01 μm）を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム 2.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.4 g を水 300 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 9.0 に調整する．この液に *t*–ブチルアルコール 90.0 g を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：テトラサイクリンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：テトラサイクリン塩酸塩標準品 0.05 g をとり，水に溶かして 25 mL とする．この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱したのち，水を加えて 25 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4–エピテトラサイクリンの保持時間は約 3 分であり，4–エピテトラサイクリン，テトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

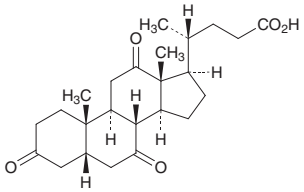
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

デヒドロコール酸

Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12–Trioxo–5β–cholan–24–oic acid　［*81–23–2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は 1,4–ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 5 g に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし，5 分間放置する．これに水 5 mL を加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2）　本品 0.02 g にエタノール（95）1 mL を加えて振り混ぜ，これに 1,3–ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 8）0.5 mL を加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋29 ～ ＋32°（乾燥後，0.2g，1,4–ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　233 ～ 242 ℃

純度試験

（1）　**におい**　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸するとき，においはない．

（2）　**溶状**　本品を乳鉢で粉末とし，その 0.10 g をエタノール（95）30 mL に 10 分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3）　**塩化物**〈*1.03*〉　本品 2.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 （3）の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） バリウム （1）の液に塩酸 2 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL となるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

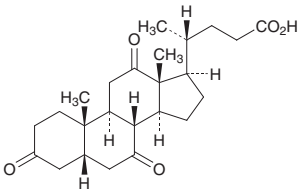
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯 法 容 器 密閉容器．

精製デヒドロコール酸

Purified Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid ［*81-23-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 5 mg に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし，5 分間放置する．これに水 5 mL を加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2） 本品 0.02 g にエタノール（95）1 mL を加えて振り混ぜ，これに 1,3-ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 8）0.5 mL を加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+29 ～ +32°（乾燥後，0.2g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融 点〈2.60〉 237 ～ 242 ℃

純度試験

（1） においい 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸するとき，においはない．

（2） 溶状 本品を乳鉢で粉末とし，その 0.10 g をエタノール（95）30 mL に 10 分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 （3）の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） バリウム （1）の液に塩酸 2 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL となるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯 法 容 器 密閉容器．

デヒドロコール酸注射液

Dehydrocholic Acid Injection

デヒドロコール酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するデヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$：402.52）を含む．

製 法 本品は「精製デヒドロコール酸」をとり，「水酸化ナトリウム」の溶液を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡黄色澄明の液で，味は苦い．

pH：9 ～ 11

確認試験 本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」0.1 g に対応する容量を分液漏斗にとり，水 10 mL 及び希塩

酸 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム 15 mL ずつで 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 235 ～ 242 ℃ である．

純度試験　重金属〈1.07〉　本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」1.0 g に対応する容量をとり，水浴上で，ほとんど蒸発乾固し，残留物につき，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.30 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のデヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，必要ならば水を加えて 25 mL とし，塩酸 2 mL を加え，クロロホルム 25 mL，20 mL 及び 15 mL で抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで冷水で洗い，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物に中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯　法

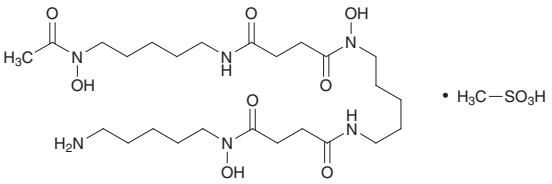
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

デフェロキサミンメシル酸塩

Deferoxamine Mesilate

メシル酸デフェロキサミン



$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$：656.79

N−[5−(Acetylhydroxyamino)pentyl]−*N*′−(5−{3−[(5−aminopentyl)hydroxycarbamoyl]propanoylamino}pentyl)−*N*′−hydroxysuccinamide monomethanesulfonate ［*138−14−7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デフェロキサミンメシル酸塩（$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5），2−プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 147 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 500）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品 0.05 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，小さい炎で融解するまで加熱し，更に 2 ～ 3 秒間加熱する．これに水 0.5 mL を加えた後，希塩酸を加えて酸性とし，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデフェロキサミンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.90 mL を加える（0.032 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.040 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）を用いる（2 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデフェロキサミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 1.32 g，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.37 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.08 g を水 950 mL に溶かす．この液にリン酸を加えて pH を 2.8 に調整した液 800 mL をとり，2−プロパノール 100 mL を加える．

流量：デフェロキサミンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデフェロキサミンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たデフェロキサミンのピーク面積が，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積の 1.5 ～ 2.5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 16 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 4 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，デフェロキサミン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デフェロキサミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びデフェロキサミンメシル酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 60 mg ずつを精密に量り，それぞれを水 20 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸試液 10 mL を正確に加え，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.2 mL を正確に加え，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，塩化鉄（Ⅲ）試液 0.2 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 50 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 430 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

デフェロキサミンメシル酸塩（$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

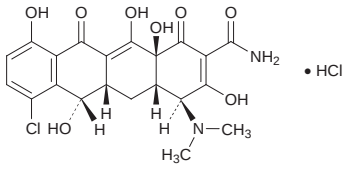
W_S：脱水物に換算したデフェロキサミンメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　器　気密容器．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩

Demethylchlortetracycline Hydrochloride

塩酸デメチルクロルテトラサイクリン



$C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$：501.31

(4*S*, 4a*S*, 5a*S*, 6*S*, 12a*S*)-7-Chloro-4-dimethylamino-3, 6, 10, 12, 12a-pentahydroxy-1, 11-dioxo-1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride ［*64-73-3*］

本品は，*Streptomyces aureofaciens* の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩（$C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 40 mg を水 250 mL に溶かす．この液 10 mL に水 85 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 （1 → 5）5 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−248 ～ −263°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，0.1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.0 ～ 3.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 25 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の 1.2 倍より大きくない．また試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルクロルテトラサイクリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，0.01

mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，この液 20 μL から得たデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩（$C_{21}H_{21}ClN_2O_8$・HCl）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.1 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン–ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム 1.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.4 g を水 300 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 8.5 に調整する．この液に *t*–ブチルアルコール 75.0 g を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：デメチルクロルテトラサイクリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 mL を水浴上で 60 分間加温し，この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4–エピデメチルクロルテトラサイクリン，デメチルクロルテトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．なお，4–エピデメチルクロルテトラサイクリンのデメチルクロルテトラサイクリンに対する相対保持時間は約 0.7 である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

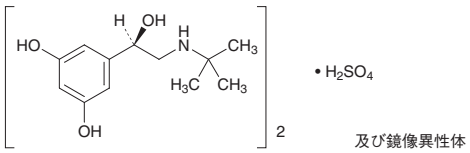
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

テルブタリン硫酸塩

Terbutaline Sulfate

硫酸テルブタリン



及び鏡像異性体

$(C_{12}H_{19}NO_3)_2$・H_2SO_4：548.65

5–[(1*RS*)–2–(1,1–Dimethylethylamino)–1–hydroxyethyl]benzene–1,3–diol hemisulfate

［*23031–32–5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テルブタリン硫酸塩〔$(C_{12}H_{19}NO_3)_2$・H_2SO_4〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯褐白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水に溶けやすく，アセトニトリル，エタノール(95)，酢酸（100），クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光又は空気によって徐々に着色する．

融点：約 255 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 1 mg を水 1 mL に溶かし，pH 9.5 のトリス緩衝液 5 mL，4–アミノアンチピリン溶液（1 → 50）0.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（2 → 25）2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．極大は二つに分かれることがある．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 4.8 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.004 % 以下）．

（3）　酢酸　本品 0.50 g をとり，リン酸溶液（59 → 1000）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸（100）1.50 g をとり，リン酸溶液（59 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，リン酸溶液（59 → 1000）を加え，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にと

り，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の酢酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000 を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用テレフタル酸に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：酢酸の保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：酢酸（100）及びプロピオン酸各々 0.05 g をリン酸溶液（59 → 1000）100 mL に加えて混和する．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，酢酸のピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

（4） 3,5–ジヒドロキシ–*ω*–*tert*–ブチルアミノアセトフェノン硫酸塩　本品 0.50 g をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 330 nm における吸光度は 0.47 以下である．

（5） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉　0.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，アセトニトリル/酢酸（100）混液（1：1）50 mL を加え，かき混ぜながら加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法．ただし，内部液は塩化カリウムの飽和メタノール溶液に代える）．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 54.87 mg $(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

テレビン油

Turpentine Oil

OLEUM TEREBINTHINAE

本品は *pinus* 属諸種植物（*Pinaceae*）の材又はバルサムを水蒸気蒸留して得た精油である．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は苦く刺激性である．

本品 1 mL はエタノール（95）5 mL に混和し，その液は中性である．

屈 折 率〈2.45〉　n_D^{20}：1.465 ～ 1.478

比　重〈1.13〉　d_{20}^{20}：0.860 ～ 0.875

純度試験

（1） 異物　本品は悪臭がない．また，本品 5 mL に水酸化カリウム溶液（1 → 6）5 mL を加えて振り混ぜるとき，水層は黄褐色～暗褐色を呈しない．

（2） 塩酸呈色物　本品 5 mL に塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，塩酸層は淡黄色を呈し，褐色を呈しない．

（3） 鉱油　本品 5.0 mL をカシアフラスコにとり，15 ℃ 以下に冷却し，振り混ぜながら発煙硫酸 25 mL を徐々に加え，更に 60 ～ 65 ℃ で 10 分間加温した後，目盛りまで硫酸を加えるとき，0.1 mL 以上の油分を析出しない．

蒸留試験〈2.57〉　150 ～ 170 ℃，90 vol% 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

乾燥痘そうワクチン

Freeze–dried Smallpox Vaccine

乾燥痘苗

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥痘そうワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，白色～灰色の懸濁した液となる．

乾燥細胞培養痘そうワクチン

Freeze–dried Smallpox Vaccine Prepared in Cell Culture

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥細胞培養痘そうワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，帯赤色の澄明な液となる．

トウモロコシデンプン

Corn Starch

AMYLUM MAYDIS

トウモロコシ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は成熟したトウモロコシ *Zea mays* Linné（*Gramineae*）の種子から得たでんぷんである．

◆**性　状**　本品は白色～微黄白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　本品は，水/グリセリン混液（1∶1）を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき，通例，直径 2 ～ 23 μm の不規則な多面角の粒又は 25 ～ 35 μm の不規則な円形又は球形の粒を認める．へそは，明瞭な空洞又は 2 ～ 5 つの放射状の裂け目となり，同心性の筋はない．交叉した偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2）　本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3）　（2）ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液（1 → 10）0.05 mL を加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH 〈*2.54*〉　本品 5.0 g を非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え，穏やかに 1 分間かき混ぜて懸濁し，15 分間放置した液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

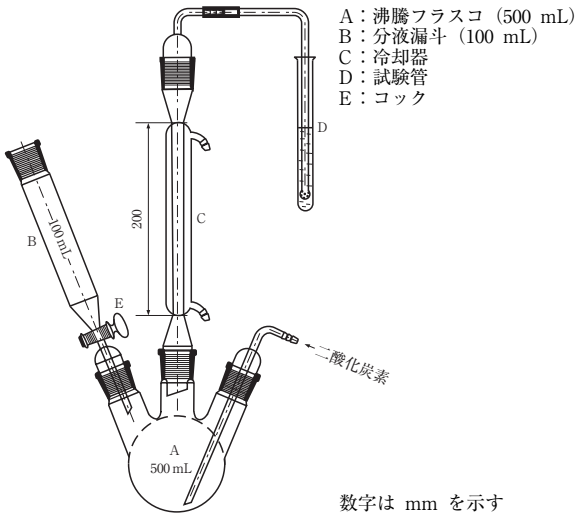
純度試験

（1）　鉄　本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液 2.0 mL をとり，水を加えて 20 mL とし，比較液とする．検液及び比較液 10 mL を試験管にとり，クエン酸溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水（28）を加えた後，水を加えて 20 mL とし，混和する．これらの液 10 mL を試験管にとり，5 分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（2）　酸化性物質　本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 30.0 mL に酢酸（100）1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え，振り混ぜた後，暗所に 25 ～ 30 分間放置する．デンプン試液 1 mL を加え，0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定 〈*2.50*〉 する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4 mL 以下である（過酸化水素に換算すると，20 ppm 以下）．

（3）　二酸化イオウ

（i）　装置　図に示すものを用いる．



（ii）　操作法　水 150 mL を沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分 100±5 mL の流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える．15 分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約 25 g を精密に量り，水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を 1 時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で 15 分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50 ppm 以下である．

二酸化イオウの量（ppm）＝（V / W）× 1000 × 3.203

W：本品の秤取量（g）

V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

乾燥減量 〈*2.41*〉　15.0 % 以下（1 g，130 ℃，90 分間）．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.6 % 以下（1 g）．

◆**貯　法　容　器**　密閉容器．◆

トウモロコシ油

Corn Oil

OLEUM MAYDIS

本品はトウモロコシ *Zea mays* Linné（*Gramineae*）の胚芽から得た脂肪油である．

性　状　本品は淡黄色澄明の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は −7 ℃ で軟膏ように凝固する．

比重　d_{25}^{25}：0.915 ～ 0.921

酸　価〈*1.13*〉　0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉　187 ～ 195

不けん化物〈*1.13*〉　1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　103 ～ 130

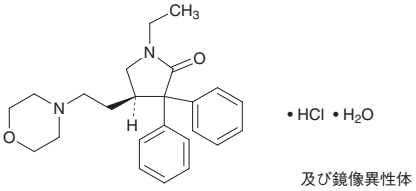
貯　法　容　　器　気密容器．

ドキサプラム塩酸塩水和物

Doxapram Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキサプラム

ドキサプラム塩酸塩



及び鏡像異性体

$C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$：432.98

(4*RS*)−1−Ethyl−4−[2−(morpholin−4−yl)ethyl]−3,3−diphenylpyrrolidin−2−one monohydrochloride monohydrate

［*7081−53−0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ドキサプラム塩酸塩（$C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl$：414.97）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，水，エタノール（95）又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉　218 ～ 222 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 6 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ギ酸/ギ酸エチル/メタノール混液（8：3：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　3.5 ～ 4.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.8 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.50 mg $C_{24}H_{30}N_2O_2 \cdot HCl$

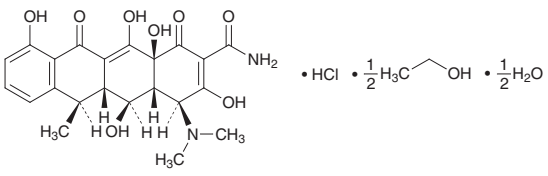
貯　法　容　　器　気密容器．

ドキシサイクリン塩酸塩水和物

Doxycycline Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキシサイクリン

ドキシサイクリン塩酸塩



$C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2}C_2H_6O \cdot \frac{1}{2}H_2O$：512.94

(4*S*,4a*R*,5*S*,5a*R*,6*R*,12a*S*)−4−Dimethylamino−3,5,10,12,12a−pentahydroxy−6−methyl−1,11−dioxo−1,4,4a,5,5a,6,11,12a−octahydrotetracene−2−carboxamide monohydrochloride hemiethanolate hemihydrate

［*564−25−0*，ドキシサイクリン］

本品は，オキシテトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物 1 mg 当たり 880 ～ 943 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ドキシサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_8$：444.43）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

(1)　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキシサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

(2)　本品 10 mg を水 10 mL に溶かし，硝酸銀試液を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$ (349 nm)：285 ～ 315 (10 mg，0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液，500 mL)．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：−105 ～ −120°(脱水及び脱エタノール物に換算したもの 0.25 g，0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液，25 mL，100 mm)．ただし，試料溶液を調製した後，5 分以内に測定する．

純度試験

(1)　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 5.0 mL を加える(50 ppm 以下)．

(2)　類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に塩酸 6-エピドキシサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，塩酸 6-エピドキシサイクリン原液とする．別に塩酸メタサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，塩酸メタサイクリン原液とする．塩酸 6-エピドキシサイクリン原液及び塩酸メタサイクリン原液 2 mL ずつを正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメタサイクリン及び 6-エピドキシサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の溶媒ピークとメタサイクリンのピークの間にあるピーク及びドキシサイクリンのピークの後にあるピークのピーク面積は，それぞれ標準溶液の 6-エピドキシサイクリンのピーク面積の 1/4 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 8 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 125 mL 及び 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 117 mL をとり，水を加えて 500 mL とする．この液 400 mL に硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1 → 100) 50 mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1 → 25) 10 mL，*t*-ブチルアルコール 60 g 及び水 200 mL を加え，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 8.0 に調整し，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約 19 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドキシサイクリンの保持時間の約 2.4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得た 6-エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積が，それぞれ標準溶液の 6-エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 8 mL，塩酸 6-エピドキシサイクリン原液 3 mL 及び塩酸メタサイクリン原液 2 mL に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メタサイクリン，6-エピドキシサイクリン，ドキシサイクリンの順に溶出し，メタサイクリンと 6-エピドキシサイクリン及び 6-エピドキシサイクリンとドキシサイクリンの分離度は 1.3 以上及び 2.0 以上であり，ドキシサイクリンのピークのシンメトリー係数は 1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メタサイクリン及び 6-エピドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下及び 2.0 % 以下である．

エタノール　本品約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)約 0.4 g を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．次式によりエタノールの量を求めるとき，4.3 ～ 6.0 % である．

$$\text{エタノールの量 (\%)} = (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S)$$

W_S：エタノール(99.5)の秤取量(mg)

W_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　1-プロパノール溶液(1 → 2000)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2 mm，長さ 1.5 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径 0.0075 μm，比表面積 500 ～ 600 m^2/g)を充てんする．

カラム温度：135 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件

で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　1.4 ～ 2.8 %（0.6 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びドキシサイクリン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドキシサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ドキシサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_8$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.0 g を水 450 mL に溶かす．この液にメタノール/*N*,*N*−ジメチル−*n*−オクチルアミン混液（550：3）553 mL を加えた後，水酸化ナトリウム溶液（43 → 200）を加えて pH を 8.0 に調整する．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドキシサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

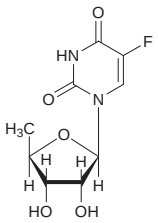
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ドキシフルリジン

Doxifluridine



$C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19

5′−Deoxy−5−fluorouridine

［*3094−09−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液又は 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 191 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋160 ～ ＋174°（乾燥後，0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

純度試験

（1）　フッ化物　本品 0.10 g を薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL に溶かす．この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アセトン/ランタン−アリザリンコンプレキソン試液混液（2：1）5 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アセトン/ランタン−アリザリンコンプレキソン試液混液（2：1）5 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 620 nm における試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 0.30 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.035 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/水混液（17：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，3 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，*N*，*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 24.62 mg $C_9H_{11}FN_2O_5$

貯 法 容 器 気密容器．

ドキシフルリジンカプセル
Doxifluridine Capsules

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19）を含む．

製 法 本品は「ドキシフルリジン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドキシフルリジン」20 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし 100 mL とした後，ろ過する．ろ液 1 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とした液につき，0.1 mol/L 塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 267 ～ 271 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「ドキシフルリジン」20 mg に対応する量をとり，メタノール 2 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドキシフルリジン 20 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/水混液（17：2：1）を展開溶媒として，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）約 13 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 26 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量（mg）
C：1 カプセル中のドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従いドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$） 約 50 mg に対応する量を精密に量り，水 40 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，水/メタノール混液（5：3）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，水/メタノール混液（5：3）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量（mg）

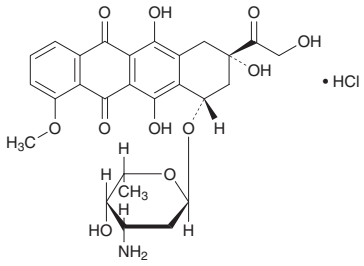
内標準溶液 無水カフェイン溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/メタノール混液（13：7）
流量：ドキシフルリジンの保持時間が約 2.5 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドキシフルリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比の相対標準偏差は，1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride
塩酸ドキソルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98
(2*S*, 4*S*)-4-(3-Amino-2, 3, 6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2, 5, 12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-7-methoxy-1, 2, 3, 4-tetrahydrotetracene-6, 11-dione monohydrochloride ［*25316-40-9*］

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である．
本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ～ 1080 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ドキソルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である．
本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋240 ～ ＋290°（脱水物に換算したもの 20 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 50 mg を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 50 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．
（2）　類縁物質　本品 25 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドキソルビシン以外のそれぞれのピーク面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の 1/4 より大きくない．また試料溶液のドキソルビシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積より大きくない．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 3 g を薄めたリン酸（7 → 5000）1000 mL に溶かす．この液にアセトニトリル 1000 mL を加える．
流量：ドキソルビシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．
面積測定範囲：ドキソルビシンの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たドキソルビシンのピーク面積が，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．
システムの性能：本品 5 mg を水 20 mL に溶かし，リン酸 1.5 mL を加えて，室温で 30 分間放置する．この液に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.5 に調整した液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドキソルビシンに対する相対保持時間約 0.6 のドキソルビシノン，ドキソルビシンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ドキソルビシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びドキソルビシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 25 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可

視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 495 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ドキソルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ドキソルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

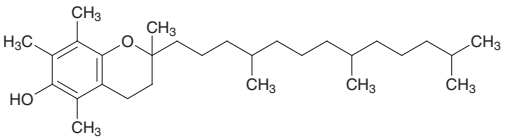
貯　法　容　　器　気密容器．

トコフェロール

Tocopherol

dl−α−トコフェロール

ビタミン E



$C_{29}H_{50}O_2$：430.71

2,5,7,8−Tetramethyl−2−(4,8,12−trimethyltridecyl)chroman−6−ol ［*10191−41−0*］

本品は定量するとき，*dl*−α−トコフェロール（$C_{29}H_{50}O_2$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色～赤褐色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール（99.5），アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル又は植物油と混和する．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって酸化されて，暗赤色となる．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加え，75 ℃ で 15 分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉　$E_{1cm}^{1\%}$（292 nm）：71.0 ～ 76.0（10 mg，エタノール（99.5），200 mL）．

屈 折 率〈2.45〉　n_D^{20}：1.503 ～ 1.507

比　重〈2.56〉　d_{20}^{20}：0.947 ～ 0.955

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液 C より濃くない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

定 量 法　本品及びトコフェロール標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

トコフェロール（$C_{29}H_{50}O_2$）の量（mg）$= W_S \times (H_T / H_S)$

W_S：トコフェロール標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：292 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（49：1）

流量：トコフェロールの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び酢酸トコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，酢酸トコフェロールの順に溶出し，その分離度は 2.6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

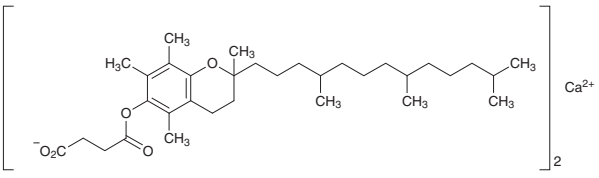
容　　器　気密容器．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム

Tocopherol Calcium Succinate

コハク酸トコフェロールカルシウム

ビタミン E コハク酸エステルカルシウム



$C_{66}H_{106}CaO_{10}$：1099.62

Monocalcium bis{3−[2,5,7,8−tetramethyl−2−(4,8,12−trimethyltridecyl)chroman−6−yloxycarbonyl]propanoate} ［*14638−18−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*−α−トコフェロールコハク酸エステルカルシウム（$C_{66}H_{106}CaO_{10}$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく，水，エタノール（95）又はアセトンにほとんど溶けない．

本品 1 g に酢酸（100）7 mL を加えて振り混ぜるとき，溶け，しばらく放置すると濁りを生じる．

本品は酢酸（100）に溶ける．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を酢酸（100）1 mL に溶かし，エタノール（99.5）9 mL を混和する．これに発煙硝酸 2 mL を加え，75 ℃ で 15 分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2） 本品を乾燥し，その 0.08 g を四塩化炭素 0.2 mL に溶かす．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 5 g をクロロホルム 30 mL に溶かし，塩酸 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水層を分取し，これをアンモニア試液で中和した液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（286 nm）：36.0 ～ 40.0（10 mg，クロロホルム，100 mL）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．

（2） アルカリ　本品 0.20 g にジエチルエーテル 10 mL，水 2 mL，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えて振り混ぜるとき，水層は赤色を呈しない．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.10 g を酢酸（100）4 mL に溶かし，水 20 mL 及びジエチルエーテル 50 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層に水 10 mL を加え，振り混ぜ，水層を分取する．水層を合わせ，これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は本品の代わりに 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL を用い，同様に操作して製する（0.212 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を用いる（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） α-トコフェロール　本品 0.10 g をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品 50 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸（100）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧した後，更に 2,2′-ビピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 → 200）を均等に噴霧して 2 ～ 3 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），24 時間）．

定量法 本品及びトコフェロールコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）/薄めた酢酸（100）（1 → 5）混液（9：1）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のトコフェロールコハク酸エステルのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム（$C_{66}H_{106}CaO_{10}$）の量（mg）

$= W_S \times (H_T / H_S) \times 1.0358$

W_S：トコフェロールコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：284 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノール/水/酢酸（100）混液（97：2：1）

流量：トコフェロールコハク酸エステルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：コハク酸トコフェロール及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）/薄めた酢酸（100）（1 → 5）混液（9：1）50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロールコハク酸エステル，トコフェロールの順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，トコフェロールコハク酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

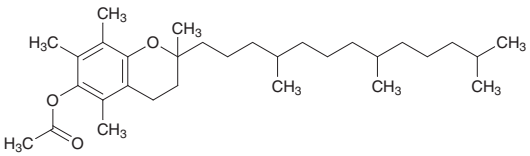
トコフェロール酢酸エステル

Tocopherol Acetate

酢酸トコフェロール

酢酸 *dl*−α−トコフェロール

ビタミン E 酢酸エステル



$C_{31}H_{52}O_3$：472.74

2,5,7,8−Tetramethyl−2−(4,8,12−trimethyltridecyl)chroman−6−yl acetate ［*7695−91−2*］

本品は定量するとき，*dl*−α−トコフェロール酢酸エステル（$C_{31}H_{52}O_3$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色～黄色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール（99.5），アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル，ヘキサン又は植物油と混和する．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 0.05 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加え，75 ℃ で 15 分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロール酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$（284 nm）：41.0 ～ 45.0（10 mg，エタノール（99.5），100 mL）．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.494 ～ 1.499

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.952 ～ 0.966

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） α−トコフェロール　本品 0.10 g をとり，ヘキサン 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品 50 mg をとり，ヘキサンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸（100）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧した後，更に 2,2′−ビピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 → 200）を均等に噴霧して 2 ～ 3 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

定 量 法　本品及びトコフェロール酢酸エステル標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロール酢酸エステルのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

トコフェロール酢酸エステル（$C_{31}H_{52}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (H_T / H_S)$

W_S：トコフェロール酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：284 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（49：1）

流量：トコフェロール酢酸エステルの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，トコフェロール酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 2.6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，トコフェロール酢酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

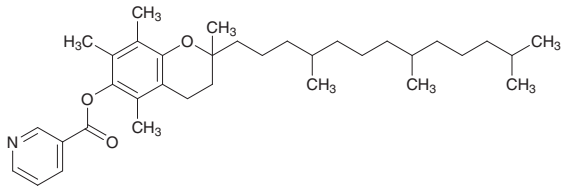
トコフェロールニコチン酸エステル

Tocopherol Nicotinate

ニコチン酸トコフェロール

ニコチン酸 *dl*-α-トコフェロール

ビタミンE ニコチン酸エステル



$C_{35}H_{53}NO_3$：535.80

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl nicotinate［*51898-34-1*］

本品は定量するとき，*dl*-α-トコフェロールニコチン酸エステル（$C_{35}H_{53}NO_3$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色の液体又は固体である．

本品はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，必要ならば加温して溶かし，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.05 g をエタノール（99.5）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 7 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステル以外のピークの合計面積は標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の 0.8 ～ 0.9 倍の保持時間のピーク面積は標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の 4/7 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：メタノール/水混液（19：1）

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.05 g 及びトコフェロール 0.25 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品及びトコフェロールニコチン酸エステル標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トコフェロールニコチン酸エステル（$C_{35}H_{53}NO_3$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：264 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 0.05 g 及びトコフェロール 0.25 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は 3 以上であ

る．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

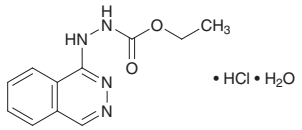
トドララジン塩酸塩水和物

Todralazine Hydrochloride Hydrate

塩酸エカラジン

塩酸トドララジン

トドララジン塩酸塩



$C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl・H_2O：286.71

Ethyl 2-(phthalazin-1-yl)hydrazinecarboxylate monohydrochloride monohydrate ［*3778-76-5*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トドララジン塩酸塩（$C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl：268.70）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 200）2 mL に硝酸銀・アンモニア試液 5 mL を加えるとき，液は混濁し，黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.30 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.012 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトドララジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトドララジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.10 g を薄めたメタノール（2 → 5）1000 mL に溶かす．この液に酢酸（100）を加えて pH を 3.0 ～ 3.5 に調整する．

流量：トドララジンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトドララジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 μL から得たトドララジンのピーク面積が，標準溶液のトドララジンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びフタル酸水素カリウム 5 mg ずつを移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，フタル酸，トドララジンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トドララジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　6.0 ～ 7.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

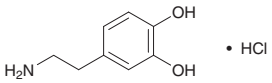
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.87 mg $C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ドパミン塩酸塩

Dopamine Hydrochloride

塩酸ドパミン



$C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64

4-(2-Aminoethyl)benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*62-31-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

融点：約 248 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

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

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.8 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/水/酢酸（100）混液（16：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 15 分間加熱する．冷後，酢酸（100）50 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.96 mg $C_8H_{11}NO_2$・HCl

貯 法 容 器　気密容器．

ドパミン塩酸塩注射液

Dopamine Hydrochloride Injection

塩酸ドパミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 97 ～ 103 % に対応するドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64）を含む．

製　法　本品は「ドパミン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ドパミン塩酸塩」0.04 g に対応する容量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　3.0 ～ 5.0

エンドトキシン〈*4.01*〉　4.2 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl）約 30 mg に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，内標準溶液 2.5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ドパミンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，内標準溶液 2.5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸ドパミンの秤取量（mg）

内標準溶液　ウラシルの移動相溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液

流量：ドパミンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

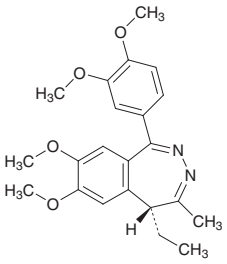
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ドパミンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

トフィソパム

Tofisopam



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{26}N_2O_4$：382.45

(5*RS*)−1−(3, 4−Dimethoxyphenyl)−5−ethyl−7, 8−dimethoxy−4−methyl−5*H*−2, 3−benzodiazepine　［*22345−47−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トフィソパム（$C_{22}H_{26}N_2O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

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

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

融　点〈*2.60*〉　155 ～ 159 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.05 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/メタノール/ギ酸混液（24：12：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.25 mg $C_{22}H_{26}N_2O_4$

貯　法

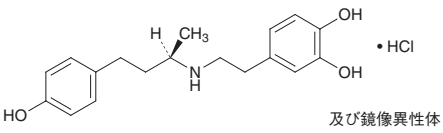
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ドブタミン塩酸塩

Dobutamine Hydrochloride

塩酸ドブタミン



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl：337.84

4−{2−[(1*RS*)−3−(4−Hydroxyphenyl)−1−methylpropylamino]ethyl}benzene−1, 2−diol monohydrochloride　［*49745−95−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ドブタミン塩酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～ごくうすいだいだい色の結晶性の粉末又は粒である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したドブタミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数

のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

融　点〈*2.60*〉 188 ～ 191 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液（78：22：5）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びドブタミン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ドブタミン塩酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ドブタミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　サリチルアミドの薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 125）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の酒石酸緩衝液/メタノール混液（7：3）

流量：ドブタミンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

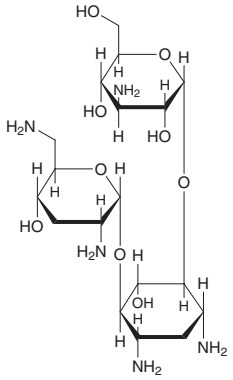
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドブタミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

トブラマイシン

Tobramycin



$C_{18}H_{37}N_5O_9$：467.51

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,6-trideoxy-α-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine　[*32986-56-4*]

本品は，*Streptomyces tenebrarius* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1060 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，トブラマイシン（$C_{18}H_{37}N_5O_9$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，ホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 125）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 5.1 ppm 付近に二重線のシグナル A を，δ 2.6 ～ 4.0 ppm 付近に多重線のシグナル B を，δ 1.0 ～ 2.1 ppm 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 1：8：2 である．

（2） 本品及びトブラマイシン標準品 10 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液/1-ブタノール/メタノール混液（5：5：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び

標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋138 ～ ＋148°（脱水物に換算したもの 1 g，水，25 mL，100 mm）．

pH 〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 9.5 ～ 11.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属 〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 80 mg を薄めたアンモニア水（28）（1 → 250）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたアンモニア水（28）（1 → 250）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/エタノール（95）/2-ブタノン混液（1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 110 ℃ で 10 分間乾燥する．直ちに，これに水/次亜塩素酸ナトリウム試液混液（4：1）を噴霧した後，風乾し，更にヨウ化カリウムデンプン試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分 〈2.48〉 11.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

強熱残分 〈2.44〉 1.0 % 以下（0.5 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法 〈4.02〉 の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

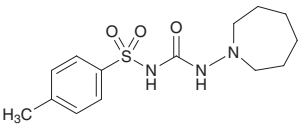
（iii） 標準溶液 トブラマイシン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ で保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

トラザミド

Tolazamide



$C_{14}H_{21}N_3O_3S$：311.40

N-(Azepan-1-ylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide ［*1156-19-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トラザミド（$C_{14}H_{21}N_3O_3S$）97.5 ～ 102.0 % を含む．

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）又は *n*-ブチルアミンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 168 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加えてよく振り混ぜた後，クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（2） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラザミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈2.25〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトラザミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属 〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素 〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g をアセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別に *p*-トルエンスルホンアミド 20 mg をアセトンに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/シクロヘキサン/薄めたアンモニア水（28）（10 → 11）混液（200：100：60：23）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 110 ℃ で 10 分間加熱し，直ちに塩素に 2 分間さらした後，薄層板の原線より下の部分にヨウ化カリウムデンプン試液 1 滴を滴加した

とき極めて薄い青色を呈するまで冷風を当てる．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

（4） *N*–アミノヘキサメチレンイミン　本品 0.50 g にアセトン 2.0 mL を加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後，pH 5.4 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 8.0 mL を加えて振り混ぜ，15 分間放置した後，ろ過する．ろ液に三ナトリウム五シアノアミン鉄（Ⅱ）試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，30 分以内に現れる液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*–アミノヘキサメチレンイミン 0.125 g をアセトンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 2.0 mL をとり，pH 5.4 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 8.0 mL を加えて振り混ぜ，以下同様に操作する．

乾燥減量 〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びトラザミド標準品を乾燥し，その約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トラザミド（$C_{14}H_{21}N_3O_3S$）の量（mg） = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トラザミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　トルブタミドのエタノール不含クロロホルム溶液（3 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/水飽和ヘキサン/テトラヒドロフラン/エタノール（95）/酢酸（100）混液（475：475：20：15：9）

流量：トラザミドの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

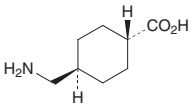
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トラザミドの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　密閉容器．

トラネキサム酸

Tranexamic Acid



$C_8H_{15}NO_2$：157.21

trans–4–(Aminomethyl)cyclohexanecarboxylic acid

［*1197–18–8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラネキサム酸標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 8.0 である．

純度試験

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

（2） 塩化物 〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） 重金属　本品 2.0 g を水に溶かして 20 mL とし，試料原液とする．試料原液 12 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，振り混ぜる．この液にチオアセトアミド試液 1.2 mL を加えて直ちに振り混ぜ，試料溶液とする．別に，鉛標準液 1 mL，試料原液 2 mL 及び水 9 mL の混液を用いて同様に操作し，標準溶液とする．また，水 10 mL 及び試料原液 2 mL の混液を用いて同様に操作し，対照溶液とする．標準溶液の呈する色は，対照溶液よりわずかに濃いことを確認する．各溶液を調製した 2 分後に試料溶液及び標準溶液を比較するとき，試料溶液の呈する色は標準溶液より濃くない（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素 〈*1.11*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かして検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，トラネキサム酸に対する相対保持時間約 1.5 の試料溶液から得たピークの面積に 1.2 の感度係数を乗じた面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 2/5 より大きくなく，トラネキサム酸に対する相対保持時間約 2.1 の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 1/5 より大きくない．また，これらのピーク及びトラネキサム酸

以外の試料溶液の各々のピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 1/5 より大きくない．ただし，トラネキサム酸に対する相対保持時間約 1.1 のピークの面積には 0.005 の感度係数を乗じ，相対保持時間約 1.3 のピークの面積には 0.006 の感度係数を乗じる．また，試料溶液から得たトラネキサム酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラネキサム酸の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たトラネキサム酸のピーク面積が，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 7 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びトラネキサム酸標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0 g を水 500 mL に溶かし，トリエチルアミン 5 mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4 g を加える．リン酸又はリン酸溶液（1 → 10）で pH 2.5 に調整した後，水を加えて 600 mL とする．この液にメタノール 400 mL を加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 0.6 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

トラネキサム酸カプセル

Tranexamic Acid Capsules

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$：157.21）を含む．

製 法 本品は「トラネキサム酸」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「トラネキサム酸」0.5 g に対応する量をとり，水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 0.28 mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 900$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

C：1 カプセル中のトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0 g を水 500 mL に溶かし，トリエチルアミン 10 mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4 g を加える．この液にリン酸を加え，pH 2.5 に調整し，水を加えて 600 mL とする．この液にメタノール 400 mL を加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 8 分になるよう

に調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，水 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，水を加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

トラネキサム酸錠
Tranexamic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$：157.21）を含む．

製 法 本品は「トラネキサム酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トラネキサム酸」0.5 g に対応する量をとり，水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 5 g に対応する量を精密に量り，水 150 mL を加え，超音波を用いて完全に崩壊させた後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 100$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

トラネキサム酸注射液
Tranexamic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$：157.21）を含む．

製 法 本品は「トラネキサム酸」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「トラネキサム酸」50 mg に対応する容量をとり，水を加えて 5 mL とし，ニンヒドリン試液 1 mL を加え，加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.0

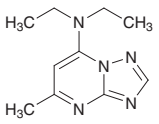
エンドトキシン〈4.01〉 0.12 EU/mg 未満.
採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.
不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.
不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.
無 菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.
定 量 法 本品のトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する.
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
流量：トラネキサム酸の保持時間が約 16 分になるように調整する.
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である.
システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.
貯 法 容 器 密封容器.

トラピジル
Trapidil



$C_{10}H_{15}N_5$：205.26
7-Diethylamino-5-methyl[1,2,4]triazolo[1,5-*a*]pyrimidine
[*15421-84-8*]

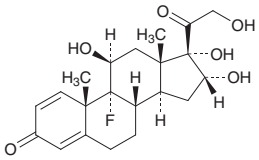
本品を乾燥したものは定量するとき，トラピジル（$C_{10}H_{15}N_5$）98.5 % 以上を含む.
性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.
本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい.
本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.5 である.
確認試験
（1） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL にドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する.
（2） 本品の水溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.
吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(307 nm)：860 ～ 892（乾燥後，20mg，水，2500 mL）.
融 点〈2.60〉 101 ～ 105 ℃
純度試験
（1） 溶状 本品 2.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.
（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.018 % 以下）.
（3） アンモニウム 本品 0.05 g をとり，共栓三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 10 滴を加えてよく湿潤させ，栓をする．これを 37 ℃ で 15 分間放置するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.
（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 1.5 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加え 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.
（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.
（6） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール(95)/酢酸（100）混液（85：13：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 60 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.
乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）.
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.53 mg $C_{10}H_{15}N_5$

貯 法 容 器 気密容器.

トリアムシノロン

Triamcinolone



$C_{21}H_{27}FO_6$：394.43

9-Fluoro-11β,16α,17,21-tetrahydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione ［*124-94-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロン（$C_{21}H_{27}FO_6$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく，水，2-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 264 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 1 mg をエタノール（95）6 mL に溶かし，2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトリアムシノロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロン標準品のそれぞれ 0.1 g ずつに 2-プロパノール/水混液（2：1）7 mL を加え，加温して溶かす．これを氷冷し，析出する結晶をろ取し，水 10 mL で 2 回洗った後，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：+65 ～ +71°（乾燥後，0.1 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，10 mL，100 mm）．

純度試験　重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びトリアムシノロン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを L-アスコルビン酸のメタノール溶液（1 → 1000）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，L-アスコルビン酸のメタノール溶液（1 → 1000）を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリアムシノロン（$C_{21}H_{27}FO_6$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トリアムシノロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチル 15 mg を，L-アスコルビン酸のメタノール溶液（1 → 1000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：1）

流量：トリアムシノロンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

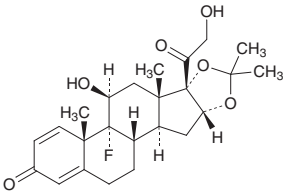
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トリアムシノロンアセトニド

Triamcinolone Acetonide



$C_{24}H_{31}FO_6$：434.50

9-Fluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione ［*76-25-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロンアセトニド（$C_{24}H_{31}FO_6$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（99.5），アセトン又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 290 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg をエタノール（95）40 mL に溶かし，2,6−ジ−*t*−ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 20 分間加熱するとき，液は緑色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリアムシノロンアセトニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトリアムシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品のそれぞれ 0.1 g ずつにエタノール（95）20 mL を加えて溶かした後，エタノールを蒸発し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋100 ～ ＋107°（乾燥後，0.1 g，1,4−ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 40 mg をアセトン 4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（93：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定量法 本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリアムシノロンアセトニド（$C_{24}H_{31}FO_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トリアムシノロンアセトニド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 プレドニゾロンのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：1）

流量：トリアムシノロンアセトニドの保持時間が約 13 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリアムシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

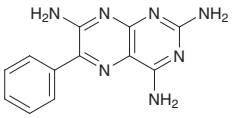
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

トリアムテレン

Triamterene



$C_{12}H_{11}N_7$：253.26

6−Phenylpteridine−2,4,7−triamine ［*396−01−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムテレン（$C_{12}H_{11}N_7$）98.5 % 以上を含む．

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は，硝酸又は硫酸に溶けるが，希硝酸，希硫酸又は希塩酸に溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて加熱し，冷後，ろ過するとき，ろ液は紫色の蛍光を発する．この液 2 mL に塩酸 0.5 mL を加えるとき，液の蛍光は消える．

（2） （1）のろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 0.01 g を酢酸（100）100 mL に溶かす．この

液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をジメチルスルホキシド 20 mL に溶かす．この液 2 mL にメタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）/メタノール混液（9：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.66 mg $C_{12}H_{11}N_7$

貯 法 容 器 密閉容器．

歯科用トリオジンクパスタ

Dental Triozinc Paste

本品は「パラホルムアルデヒド」，「チモール」，無水硫酸亜鉛及び「酸化亜鉛」を含む散剤と，「クレゾール」，「カリ石ケン」及び「グリセリン」を含む液剤とからなる．用時両者の適量を研和して使用する．

製 法

（1） 散剤

パラホルムアルデヒド，細末	10 g
チモール，細末	3 g
硫酸亜鉛水和物	9 g
酸化亜鉛	82 g
全 量	約 100 g

「硫酸亜鉛水和物」をあらかじめ約 250 ℃ で加熱して無水硫酸亜鉛とし，冷後，細末としてこれに「チモール」，「パラホルムアルデヒド」及び「酸化亜鉛」を均等に混和して製する．

（2） 液剤

クレゾール	40 g
カリ石ケン	40 g
グリセリン	20 g
全 量	100 g

「カリ石ケン」を「クレゾール」及び「グリセリン」の混液に溶かして製する．

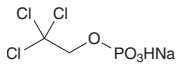
性 状 散剤は白色微細の粉末で，特異なにおいがあり，液剤は黄褐色～赤褐色澄明濃稠の液で，クレゾールのにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

トリクロホスナトリウム

Triclofos Sodium

リン酸トリクロルエチルナトリウム



$C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37

Monosodium 2,2,2-trichloroethyl monohydrogenphosphate

［*7246-20-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロホスナトリウム（$C_2H_3Cl_3NaO_4P$）97.0 ～ 102.0 % を含み，また，塩素（Cl：35.45）41.0 ～ 43.2 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

（2） 本品 0.5 g に硝酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に直火で強熱する．残留物を水 5 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 1 g を加え，10 分間加熱する．冷後，残留物を水 40 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応（1）〈1.09〉及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.178 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 遊離リン酸　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に 25 mL とし，20 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は，1.0 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 287.8$

W：本品の秤取量（mg）

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，100 ℃，3 時間）．

定 量 法

（1） トリクロホスナトリウム　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，硫酸 2 mL 及び硝酸 2.5 mL を加え，褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する．冷後，硝酸 1 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．この液を水 150 mL を用いてフラスコに移し，酸化モリブデン（Ⅲ）・クエン酸試液 50 mL を加え，穏やかに沸点まで加熱した後，かき混ぜながらキノリン試液 25 mL を徐々に加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，沈殿をろ過し，更に洗液が酸性を呈しなくなるまで水洗した後，この沈殿を水 100 mL を用いてフラスコに移し，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加えて溶かし，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン・チモールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 4.834 mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

（2） 塩素　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉の塩素の定量操作法により試験を行う．

貯 法 容 器　気密容器．

トリクロホスナトリウムシロップ

Triclofos Sodium Syrup

リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するトリクロホスナトリウム（$C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37）を含む．

製　法　本品は「トリクロホスナトリウム」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.25 g に対応する量をとり，水 40 mL を加え，よく振り混ぜた後，薄めた硫酸（3 → 50）5 mL を加え，3-メチル-1-ブタノール 25 mL で抽出する．3-メチル-1-ブタノール抽出液 5 mL をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（1 → 20）1 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱し，水 7 mL を加えた後，シュウ酸二水和物溶液（1 → 20）を液の色が消えるまで加える．この液 1 mL にピリジン 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 1 分間加熱するとき，ピリジン層はうすい赤色を呈する．

（2） （1）で得た 3-メチル-1-ブタノール抽出液 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加え，10 分間加熱する．冷後，残留物を水 40 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応（1）〈1.09〉及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 6.0 ～ 6.5

定 量 法　本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.13 g に対応する量を精密に量り，水 15 mL，水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びジエチルエーテル 15 mL を加えて，1 分間振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層は水 1 mL で洗い，洗液は先の水層に合わせる．この液に薄めた硫酸（3 → 50）2.5 mL を加え，3-メチル-1-ブタノール 10 mL ずつで 4 回抽出する．全 3-メチル-1-ブタノール抽出液を合わせ，3-メチル-1-ブタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL 及び希水酸化カリウム・エタノール試液 10 mL を正確に量り，ガラスアンプルに入れ，融封した後混和する．これを高圧蒸気滅菌器を用いて 120 ℃ で 2 時間加熱する．冷後，内容物をフラスコに移し，薄めた硝酸（63 → 500）20 mL を加える．次に 0.02 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加えた後，よく振り混ぜ，過量の硝酸銀を 0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 1.676 mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

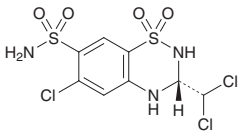
貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

トリクロルメチアジド

Trichlormethiazide



及び鏡像異性体

$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66

(3*RS*)−6−Chloro−3−dichloromethyl−3,4−dihydro−2*H*−1,2,4−benzothiadiazine−7−sulfonamide 1,1−dioxide

［*133−67−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）97.5 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のアセトン溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

融点：約 270 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（3 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.036 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.6 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 20 mL を用いる（3.3 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約 0.3 の 4−アミノ−6−クロロベンゼン−1,3−ジスルホンアミドの量は 2.0 % 以下であり，類縁物質の総量は 2.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）

移動相 B：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 mL に水 5 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4−アミノ−6−クロロベンゼン−1,3−ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する 4−アミノ−6−クロロベンゼン−1,3−ジスルホンアミドの相対保持時間は，約 0.3 であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びトリクロルメチアジド標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 20 mL ずつを正確に加えて溶かす．この液 1 mL ずつにアセトニトリルを加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液と

する．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　3-ニトロフェノールのアセトニトリル溶液（1 → 800）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジドの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密閉容器．

トリクロルメチアジド錠
Trichlormethiazide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66）を含む．

製　法　本品は「トリクロルメチアジド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」4 mg に対応する量をとり，アセトン 10 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品 4 mg をアセトン 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液（10：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」10 mg に対応する量をとり，アセトニトリル 20 mL を加え，15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約 0.3 の 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミドの量は 4.0 % 以下であり，トリクロルメチアジド以外のピークの合計量は 5.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）

移動相 B：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：「トリクロルメチアジド」25 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 mL に水 5 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミドの相対保持時間は，約 0.3 であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，崩壊させる．表示量に従いトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）2 mg 当たり内標準溶液 10 mL を正確に加え，アセトニトリルを加えて 25 mL とし，15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，1 mL 中にトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）約 40 μg を含む液となるように移動相を加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，アセトニトリル 10 mL 及び薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times C \times (1 / 20)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の表示量（mg）

内標準溶液　3-ニトロフェノールのアセトニトリル溶液（1 → 5000）

溶 出 性 〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）約 1.1 μg を含む液となるように薄めたリン酸（1 → 50）を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 50）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトリクロルメチアジドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約 0.3 のピーク面積 A_{Tb} を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 75 % 以上である．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(A_{Ta} + 0.95A_{Tb}) / A_{Sa}\} \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 2)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：「トリクロルメチアジド」25 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かす．この液 1 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする．この液 5 mL に水 5 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミドの相対保持時間は，約 0.3 であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である．
システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）約 2 mg に対応する量を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，内標準溶液 10 mL を正確に加え，アセトニトリル 10 mL を加え，15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 2 mL をとり，移動相 2 mL を加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，アセトニトリル 10 mL 及び薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　3-ニトロフェノールのアセトニトリル溶液（1 → 5000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）
流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジド

の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

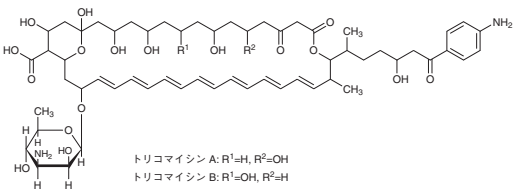
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

トリコマイシン

Trichomycin

ハチマイシン



トリコマイシン A

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,9,11,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid ［*12698-99-6*］

トリコマイシン B

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,7,9,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid ［*12699-00-2*］

［*1394-02-1*，トリコマイシン］

本品は，*Streptomyces hachijoensis* の培養によって得られる抗真菌活性及び抗原虫活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 7000 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，トリコマイシンとしての量を単位で示し，その 1 単位はトリコマイシン 0.05 μg に対応する．

性　状　本品は黄色～黄褐色の粉末である．

本品は水，エタノール（99.5）又はテトラヒドロフランにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は青色を呈し，放置するとき，液は青紫色に変わる．

（2）　本品 1 mg を水酸化ナトリウム溶液（1 → 200）50 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 359 ～ 365 nm，378 ～ 384 nm 及び 400 ～ 406 nm に吸収の極大を示す．

成分含量比　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg を液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりトリコマイシン A 及びトリコマイシン B のピーク面積を測定するとき，それぞれ 20 ～ 40 % 及び 15 ～ 25 % である．ただし，トリコマイシン A に対するトリコマイシン B の相対保持時間は約 1.2 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を水 600 mL 及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 400 mL に溶かす．

流量：トリコマイシン A の保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：トリコマイシン A の保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）を加えて正確に 30 mL とする．この液 5 μL から得たトリコマイシン A のピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリコマイシン A のピーク面積の 12 ～ 22 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリコマイシン A，トリコマイシン B の順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリコマイシン A のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びトリコマイシン標準品約 150000 単位に対応する量を精密に量り，それぞれを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトリコマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トリコマイシンの量（単位）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トリコマイシン標準品の秤取量（単位）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 15 g を水 120 mL に溶かし，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 1000 mL 及びメタノール 700 mL を加える．

流量：トリコマイシンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 5 mg 及び塩化ベルベリン 1 mg を液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，トリコマイシンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

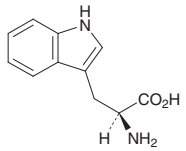
貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

L-トリプトファン

L-Tryptophan



$C_{11}H_{12}N_2O_2$：204.23

(2*S*)-2-Amino-3-(indol-3-yl)propanoic acid ［*73-22-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-トリプトファン（$C_{11}H_{12}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(95) に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

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

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：−30.0 ～ −33.0°　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 25 mL とし，層長 100 mm で測定する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 5.4 ～ 6.4 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を 2 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を希硝酸 6 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.6 g に水 40 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

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

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に 1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び水 2 mL を加え，加熱して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　類縁物質　本品 0.30 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸(100) 混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.42 mg $C_{11}H_{12}N_2O_2$

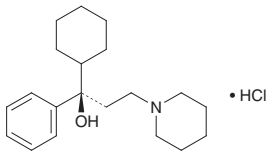
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩

Trihexyphenidyl Hydrochloride
塩酸トリヘキシフェニジル



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$：337.93
(1*RS*)−1−Cyclohexyl−1−phenyl−3−(piperidin−1−yl)propan−1−ol monohydrochloride ［*52−49−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 1 g に水 100 mL を加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液 5 mL に 2,4,6 − トリニトロフェノールのクロロホルム溶液（1 → 50）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2）（1）の試料溶液 20 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，少量の水で洗い，メタノールから再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 113 ～ 117 ℃ である．

（3）（1）の試料溶液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.5 g に水 60 mL を加え，80 ℃ の水浴中で加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液 40 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） ピペリジルプロピオフェノン　本品 0.10 g をとり，水 40 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 247 nm における吸光度は 0.50 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液 1 mL
= 33.79 mg $C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩錠

Trihexyphenidyl Hydrochloride Tablets
塩酸トリヘキシフェニジル錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するトリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$：337.93）を含む．

製　法　本品は「トリヘキシフェニジル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液 5 mL につき，「トリヘキシフェニジル塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.01 g に対応する量をとり，クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品 0.02 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）（1）の試料溶液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，希塩酸 2 mL 及び水 60 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜて崩壊させた後，水浴上で時々振り混ぜながら，10 分間加温する．冷後，メタノール 2 mL を加えた後，1 mL 中にトリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$）約 20 μg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし，必要ならば遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品（別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，希塩酸 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 10 mL 及びクロロホルム 15 mL を正確に加え，密栓してよく振り

混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 1000)$

W_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

溶出性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び溶出試験第 2 液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた酢酸（31）（1 → 10）1 mL を正確に加え，直ちにブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜる．次にジクロロメタン 10 mL を正確に加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，水層を除き，ジクロロメタン層をとる．これらの液につき，ジクロロメタンを対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 415 nm における吸光度 A_T，A_S 及び A_B を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times (1 / C) \times 18$

W_S：トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$･HCl）の表示量（mg）

定量法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$・HCl）約 5 mg に対応する量を精密に量り，希塩酸 2 mL 及び水 60 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 10 分間加温して溶かす．冷後，メタノール 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品（別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，希塩酸 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 10 mL 及びクロロホルム 15 mL を正確に加え，密栓してよく振り混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

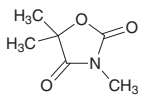
トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯法　容器　気密容器．

トリメタジオン

Trimethadione



$C_6H_9NO_3$：143.14

3,5,5-Trimethyl-1,3-oxazolidine-2,4-dione　［*127-48-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメタジオン（$C_6H_9NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，カンフルようのにおいがある．

本品はエタノール（95）又はクロロホルムに極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50）5 mL に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき，直ちに沈殿を生じる．

（2）　本品のクロロホルム溶液（1 → 50）を試料溶液とし，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の溶液法により層長 0.1 mm の塩化ナトリウム製固定セルを用いて試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉　45 ～ 47 ℃

純度試験　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，エタノール（95）5 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，密栓して，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クレゾールレッド試液 4 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 14.31 mg $C_6H_9NO_3$

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

トリメタジオン錠
Trimethadione Tablets

本品は定量するとき，表示量の 94 ～ 106 % に対応するトリメタジオン（$C_6H_9NO_3$：143.14）を含む．

製　法　本品は「トリメタジオン」をとり，錠剤の製法により製する．

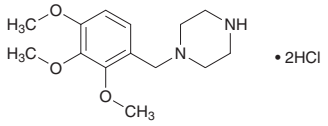
確認試験
（1）本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジオン」1 g に対応する量をとり，石油ベンジン 10 mL を加え，15 分間しばしば振り混ぜた後，傾斜して石油ベンジンを除き，更に石油ベンジン 10 mL を加えて同じ操作を繰り返す．残留物にジエチルエーテル 25 mL を加えて 20 分間時々振り混ぜた後，ろ過し，室温でろ液を蒸発し，残留物をデシケーター（シリカゲル）で 6 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 44 ～ 47 ℃ である．また，このものにつき，「トリメタジオン」の確認試験（1）を準用する．
（2）（1）の残留物を乾燥させたもののクロロホルム溶液（1 → 50）を調製する．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により，層長 0.1 mm の塩化ナトリウム製固定セルを用いて測定するとき，波数 2960 cm^{-1}，1814 cm^{-1}，1735 cm^{-1}，1445 cm^{-1}，1394 cm^{-1}，1290 cm^{-1}，1100 cm^{-1} 及び 1055 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジオン（$C_6H_9NO_3$）約 1 g に対応する量を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，15 分間穏やかに煮沸し，温時ガラスろ過器（G4）を用いて 100 mL のメスフラスコにろ過する．残留物は温エタノール（95）10 mL ずつで 3 回洗い，洗液はメスフラスコに合わせ，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を正確に加え，密栓して，時々振り混ぜて 15 分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クレゾールレッド試液 4 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 14.31 mg $C_6H_9NO_3$

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

トリメタジジン塩酸塩
Trimetazidine Hydrochloride
塩酸トリメタジジン



$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26
1-(2, 3, 4-Trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride
[*13171-25-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）98.0 ～101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．
本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 2.3 ～ 3.3 である．
融点：約 227 ℃（分解）．

確認試験
（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 6250）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験
（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（2） 類縁物質　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルアミン/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開し，風乾した後，110 ℃ で 1 時間乾燥する．冷後，これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 1.5 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.12 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，90 ～ 100 ℃ で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）45 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定

〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.96 mg $C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl

貯 法 容 器 気密容器．

トリメタジジン塩酸塩錠

Trimetazidine Hydrochloride Tablets
塩酸トリメタジジン錠

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26）を含む．

製 法 本品は「トリメタジジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジジン塩酸塩」10 mg に対応する量をとり，エタノール（95）/水混液（3：1）10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，水浴上で溶媒を留去し，残留物に水 2 mL を加えて振り混ぜる．この液 1 mL に *p*-ベンゾキノン試液 1 mL を加え，2 ～ 3 分間穏やかに煮沸し，冷却するとき，液は赤色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）15 mL を加え，10 分間超音波処理し，更に 10 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液を遠心分離した後，表示量に従いトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）約 0.75 mg に対応する上澄液 V mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン（別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 2\ V)$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸の 0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）溶液（7 → 40000）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）約 3.3 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする．この液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン（別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 17 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトリメタジジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である．

トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量（mg）
C：1 錠中のトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）約 3 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）15 mL を加え，10 分間超音波処理し，更に 10 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液を遠心分離した後，上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン（別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の 0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）溶液（7 → 40000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液（17：3）

流量：トリメタジジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

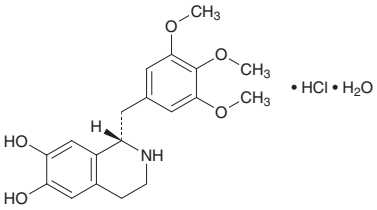
トリメトキノール塩酸塩水和物

Trimetoquinol Hydrochloride Hydrate

塩酸トリメトキノール

塩酸トレトキノール

トリメトキノール塩酸塩



$C_{19}H_{23}NO_5$・HCl・H_2O：399.87

(1*S*)−1−(3, 4, 5−Trimethoxybenzyl)−1, 2, 3, 4−tetrahydroisoquinoline−6, 7−diol monohydrochloride monohydrate ［*18559−59−6*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメトキノール塩酸塩（$C_{19}H_{23}NO_5$・HCl：381.85）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（99.5）にやや溶けにくい．

融点：約 151 ℃（分解，ただし 105 ℃ で 4 時間減圧乾燥後）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−16 ～ −19°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，加温，冷後，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトリメトキノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のトリメトキノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2 g 及び 1−ペンタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 1000 mL に溶かす．この液にリン酸を加えて pH を 2.8 ～ 3.2 に調整した後，孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する．ろ液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：トリメトキノールの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメトキノールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たトリメトキノールのピーク面積が，標準溶液のトリ

メトキノールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及び塩酸プロカイン 1 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，トリメトキノールの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリメトキノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 3.5 ～ 5.5 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸 2 mL 及びエタノール（99.5）70 mL を加え，よくかき混ぜて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，第一変曲点と第二変曲点の間の 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 38.19 mg $C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$

貯　法

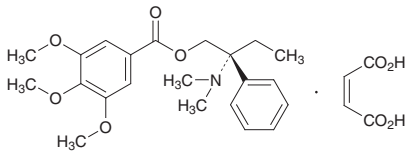
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

トリメブチンマレイン酸塩

Trimebutine Maleate

マレイン酸トリメブチン



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$：503.54

(2*RS*)−2−Dimethylamino−2−phenylbutyl 3,4,5−trimethoxybenzoate monomaleate ［*34140−59−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメブチンマレイン酸塩（$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミド又は酢酸（100）に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品の *N*,*N*−ジメチルホルムアミド溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉 131 ～ 135 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びトリメブチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸（17 → 20000）に酢酸アンモニウム溶液（1 → 1000）を加えて pH を 3.0 に調整した液 650 mL に 1−ペンタンスルホン酸ナトリウム 1 g を加えて溶かす．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：トリメブチンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からトリメブチンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たトリメブチンのピーク面積が，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の 20 ～ 30 % になることを確認する．

システムの性能：本品 40 mg 及び塩酸イミプラミン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリメブチン，イミプラミンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリメブチンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

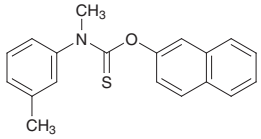
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.35 mg $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

トルナフタート

Tolnaftate

トルナフテート



$C_{19}H_{17}NOS$：307.41

O−Naphthalen−2−yl *N*−methyl−*N*−(3−methylphenyl)thiocarbamate ［*2398−96−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化カリウム・エタノール試液 20 mL 及び水 5 mL を加え，還流冷却器を付け，3 時間加熱する．冷後，その 10 mL をとり，これに酢酸（100）2 mL を加えた後，酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，黒色の沈殿を生じる．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトルナフタート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトルナフタート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 111 ～ 114 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が生じるまで加熱する．冷後，更に硝酸 2 mL を加え，白煙が生じるまで加熱する．次に冷後，硝酸 2 mL 及び過塩素酸 0.5 mL を加え，徐々に加熱し，白煙を生じさせる操作を 2 回行った後，白煙が生じなくなるまで加熱する．これを 500 ～ 600 ℃ で 1 時間強熱し，灰化する．以下第 2 法により操作し，50 mL の検液とし，試験を行う．比較液は硝酸 11 mL，硫酸 1 mL，過塩素酸 1 mL 及び塩酸 2 mL を加えて検液と同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.50 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，65 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 本品約 2 g を精密に量り，徐々に加熱して炭化させる．次に硫酸 1 mL で潤し，白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し，更に 450 ～ 550 ℃ で約 2 時間強熱して恒量とするとき，残分は 0.1 % 以下である．

定 量 法 本品及びトルナフタート標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれにメタノール 200 mL を加え，水浴中で加温して溶かし，冷後，メタノールを加えて正確に 250 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 257 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

トルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）の量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トルナフタート標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

トルナフタート液

Tolnaftate Solution

トルナフテート液

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するトルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$：307.41）を含む．

製 法 本品は「トルナフタート」をとり，液剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品 1 滴をろ紙にスポットする．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を噴霧するとき，スポットは淡黄色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「トルナフタート」0.02 g に対応する容量をとり，クロロホルムを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品 0.02 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につ

き，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定 量 法 本品のトルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）約 20 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品を 65 ℃ で 3 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトルナフタートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：トルナフタート標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジフェニルのクロロホルム溶液（3 → 200）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（7：3）

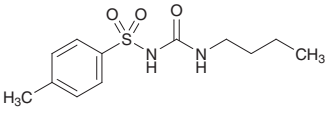
流量：トルナフタートの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トルナフタートの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

トルブタミド

Tolbutamide



$C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35

N−(Butylcarbamoyl)−4−methylbenzenesulfonamide

[*64−77−7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に薄めた硫酸（1 → 3）8 mL を加え，還流冷却装置を付け，30 分間煮沸する．この液を氷水中で冷却し，析出した結晶をろ取し，水から再結晶し，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 135 ～ 139 ℃ である．

（2） （1）のろ液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）約 20 mL を加えてアルカリ性とし，加熱するとき，アンモニアようのにおいを発する．

融 点〈2.60〉 126 ～ 132 ℃

純度試験

（1） 酸　本品 3.0 g に水 150 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 塩化物〈1.03〉（1）のろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉（1）のろ液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 30 mL に溶かし，水 20 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
$= 27.04$ mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

貯 法 容 器 密閉容器．

トルブタミド錠

Tolbutamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するトルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35）を含む．

製 法 本品は「トルブタミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トルブタミド」0.5 g に対応する量をとり，クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物につき，「トルブタミド」の確認試験を準用する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に pH 7.4 のリン酸塩緩衝液

900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトルブタミド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノール 10 mL を加えて溶かした後，pH 7.4 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 226 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

トルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (90 / C) \times (1 / 5)$

W_S：トルブタミド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）の表示量（mg）

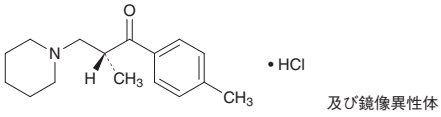
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，中和エタノール 50 mL に溶かし，水 25 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 27.04 mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

貯 法 容 器 密閉容器.

トルペリゾン塩酸塩

Tolperisone Hydrochloride
塩酸トルペリゾン



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$：281.82
(2*RS*)-2-Methyl-1-(4-methylphenyl)-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride ［*3644-61-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トルペリゾン塩酸塩（$C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

融点：167 ～ 174 ℃

確認試験

（1） 本品 0.2 g をエタノール（95）2 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加熱するとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL にヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，赤褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL を加えた後，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（257 nm）：555 ～ 585（乾燥後，5 mg，エタノール（95），500 mL）．

純度試験

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

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 4.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 塩酸ピペリジン 本品 0.20 g をとり，水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン 20 mg をとり，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5.0 mL ずつを別々の分液漏斗にとり，それぞれに硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）0.1 mL を加え，次にアンモニア水（28）0.1 mL を加え，更にイソオクタン/二硫化炭素混液（3：1）10 mL を正確に加えた後，30 分間激しく振り混ぜる．静置後，直ちにイソオクタン/二硫化炭素混液層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水する．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 438 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

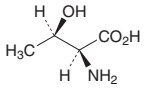
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.18 mg $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器.

L−トレオニン

L−Threonine

L−スレオニン



$C_4H_9NO_3$：119.12

(2*S*,3*R*)−2−Amino−3−hydroxybutanoic acid ［*72−19−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L−トレオニン（$C_4H_9NO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−26.0 ～ −29.0°（乾燥後，1.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.2 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

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

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

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

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 類縁物質　本品 0.30 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

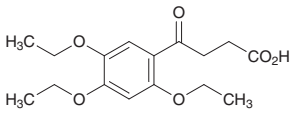
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.91 mg $C_4H_9NO_3$

貯 法 容 器　気密容器．

トレピブトン

Trepibutone



$C_{16}H_{22}O_6$：310.34

4−Oxo−4−(2,4,5−triethoxyphenyl)butanoic acid

［*41826−92−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トレピブトン（$C_{16}H_{22}O_6$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はないか，又はわずかに特異なあと味がある．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品の薄めた希水酸化ナトリウム試液（1 → 10）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に鋭い多重線のシグナル A を，δ 2.7 ppm 付近に三重線のシグナル B を，δ 3.3 ppm 付近に三重線のシグナル C を，δ 4.2 ppm 付近に多重線のシグナル D を，δ 6.4 ppm 付近に鋭い単一線のシグナル E を，δ 7.4 ppm 付近に鋭い単一線のシグナル F を，また，δ 10.5 ppm 付近に単一線のシグナル G を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D：E：F：G はほぼ 9：2：2：6：1：1：1 である．

融　点〈*2.60*〉 146 ～ 150 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/アセトン/水/ギ酸混液（100：30：3：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール (95) 50 mL に溶かし，水 50 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 31.03 mg $C_{16}H_{22}O_6$

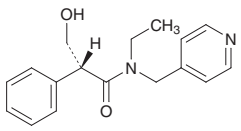
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

トロピカミド

Tropicamide



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}N_2O_2$：284.35

(2*RS*)-*N*-Ethyl-3-hydroxy-2-phenyl-*N*-(pyridin-4-ylmethyl)propanamide ［*1508-75-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トロピカミド（$C_{17}H_{20}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくく，石油エーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品 1.0 g を水 500 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．

確認試験

（1） 本品 5 mg にバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液（1 → 200）0.5 mL を加え加熱するとき，青紫色を呈する．

（2） 本品 5 mg にエタノール（95）1 mL 及び水 1 mL を加えて溶かし，1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 ～ 3 滴及びエタノール（95）3 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（255 nm）：166 ～ 180（乾燥後，5 mg，2 mol/L 塩酸試液，200 mL）．

融 点〈2.60〉 96 ～ 99 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL にエタノール（95）30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.016 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール（95）30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） *N*-エチル-γ-ピコリルアミン 本品 0.10 g に水 5 mL を加え，加熱して溶かし，アセトアルデヒド溶液（1 → 20）1 mL を加えてよく振り混ぜ，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴及び炭酸水素ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈しない．

（4） トロパ酸 本品 10 mg に四ホウ酸ナトリウム十水和物 5 mg 及び 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 7 滴を加え，水浴中で 3 分間加熱し，氷水中で冷却した後，無水酢酸 5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

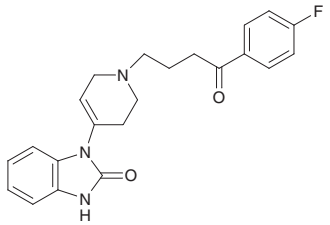
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.44 mg $C_{17}H_{20}N_2O_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ドロペリドール
Droperidol



$C_{22}H_{22}FN_3O_2$：379.43
1-{1-[4-(4-Fluorophenyl)-4-oxobutyl]-1,2,3,6-tetrahydropyridin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one ［*548-73-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ドロペリドール（$C_{22}H_{22}FN_3O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 30 mg を褐色のメスフラスコにとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール（95）に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL を褐色のメスフラスコにとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール（95）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときには，本品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物をデシケーター（減圧，シリカゲル，70 ℃）で 4 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg をジクロロメタン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/クロロホルム/メタノール/pH 4.7 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（54：23：18：5）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（0.5 g，減圧，シリカゲル，70 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.94 mg $C_{22}H_{22}FN_3O_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トロンビン
Thrombin

本品はヒト又はウシの血液から製したプロトロンビンに，カルシウムイオンの存在で，トロンボプラスチンを作用させて製し，滅菌して凍結乾燥したものである．

本品は定量するとき，表示されたトロンビン単位の 80 ～ 150 % を含む．

本品 1 mg は 10 単位以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の無晶形の物質である．

本品 500 単位当たりの量を生理食塩液 1.0 mL に溶かすとき，1 分間以内に澄明又はわずかに混濁して溶ける．

乾燥減量〈*2.41*〉　3 % 以下（50 mg，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

無　菌〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（i）　フィブリノーゲン溶液　フィブリノーゲン約 30 mg を精密に量り，生理食塩液 3 mL に溶かし，トロンビン約 3 単位を加えて，時々振り混ぜながら十分に凝固させ，析出した凝固物質を分取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水でよく洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥し，質量を量り，凝固物質のパーセント（%）を計算する．ここに得たパーセント（%）から別にフィブリノーゲンを凝固物質の量が 0.20 % になるように生理食塩液に溶かし，0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液（必要ならば，0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を用いる）で pH を 7.0 ～ 7.4 に調整した後，0.10 % となるように生理食塩液を加える．

（ii）　操作法　トロンビン標準品を生理食塩液に溶かし，この液 1 mL 中に 4.0，5.0，6.2 及び 7.5 単位を含む 4 種の標準溶液を製する．あらかじめ 20 ～ 30 ℃ の間の任意の温度で ±1 ℃ に保った標準溶液 0.10 mL を内径 10 mm，長さ 100 mm の小試験管に正確に量り，これにあらかじめ同じ温度に保ったフィブリノーゲン溶液 0.90 mL をピペットを用いて吹き込み，同時に秒時計を動かし，穏やかに振り混ぜながら，最初にフィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する．4 種の標準溶液につき，それぞれ 5 回ずつ測定を行い平均値を求める．ただし，5 回の測定で，最大と最小との差が平均値の 10 % 以上のときは，実験をやり直す．

標準溶液の濃度は，凝固時間が 14 ～ 60 秒の範囲内で適当に変えてよい．測定は前記と同じ温度で行う．次に本品 1 容器中の全内容物の質量を精密に量り，これを生理食塩液に溶かし，1 mL につき，約 5 単位を含む液を製し，その 0.10 mL を用いて前記の操作を 5 回行い，凝固時間を測定し，平均値を求める．両対数グラフの横軸に単位を，縦軸に凝固時間をとり，4 種の標準溶液による凝固時間の平均値をグラフ上にとり，検量線を作成する．この検量線を用いて試料溶液の凝固時間の平均値から単位数 U を読みとる．

本品 1 容器中の単位数 $= U \times 10 \times V$

V：本品 1 容器中の内容物を溶かした mL 数

別に内容物 1 mg 当たりの単位数を算出する．

貯　法

保存条件　10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 36 箇月．

豚脂

Lard

ADEPS SUILLUS

本品はブタ *Sus scrofa* Linné var. *domesticus* Gray（*Suidae*）の脂肪である．

性　状　本品は白色の柔らかいなめらかな塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：36 ～ 42 ℃

脂肪酸の凝固点：36 ～ 42 ℃

酸　価〈*1.13*〉　2.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　195 ～ 203

ヨウ素価〈*1.13*〉　46 ～ 70

純度試験

（1）　水分及び着色度　本品 5 g を水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水分を分離析出しない．また，この液を 10 mm の層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2）　アルカリ　本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物　本品 1.5 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 20 mL に硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とし，硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加える．

（4）　牛脂　本品 5 g をジエチルエーテル 20 mL に溶かし，脱脂綿でゆるく栓をして 20 ℃ で 18 時間放置し，析出する結晶をとり，エタノール（95）に浸し，200 倍で鏡検するとき，ひし形板状の結晶が不規則に集まったものを認めても，柱状又は針状の結晶が扇形に集まったものを認めない．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密閉容器．

ナイスタチン

Nystatin

本品は，*Streptomyces noursei* の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 4600 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ナイスタチン（$C_{47}H_{75}NO_{17}$：926.09）としての量を単位で示し，その 1 単位はナイスタチン（$C_{47}H_{75}NO_{17}$）0.27 μg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の粉末である．

本品はホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 1 mg をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，2 分間加熱した後，冷却する．この液に 4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液（1 → 200）3 mL 及び塩酸 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 10 mg をとり，薄めたメタノール（4 → 5）/水酸化ナトリウム試液混液（200：1）50.25 mL を加え，50 ℃ 以下で加温して溶かし，更に薄めたメタノール（4 → 5）を加えて 500 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナイスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.3 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 を用いる．

（ⅱ）　培地　培地（1）の 2）を用いる．

（ⅲ）　標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．ナイスタチン標準品を 40 ℃ で 2 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 60000 単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1 mL 中に 3000 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 300 単位及び 150 単

位を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約 60000 単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1 mL 中に 3000 単位を含む液を調製し，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 300 単位及び 150 単位を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

ナタネ油

Rape Seed Oil

OLEUM RAPAE

菜種油

本品はナタネナ *Brassica campestris* Linné subsp. *napus* Hooker fil. et Anderson var. *nippo-oleifera* Makino （*Cruciferae*）の種子から得た脂肪油である．

性　状　本品は微黄色澄明のやや粘性の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

比重　d_{25}^{25}：0.906 ～ 0.920

酸　価〈*1.13*〉　0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉　169 ～ 195

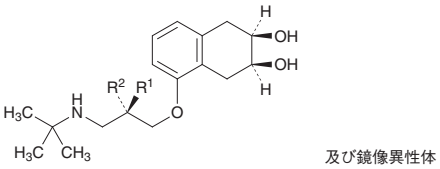
不けん化物〈*1.13*〉　1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　95 ～ 127

貯　法　容　　器　気密容器．

ナドロール

Nadolol



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{27}NO_4$：309.40

R^1＝OH，R^2＝H

(2*RS*,3*SR*)-5-{(2*RS*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1,2,3,4-tetrahydronaphthalene-2,3-diol

R^1＝H，R^2＝OH

(2*RS*,3*SR*)-5-{(2*SR*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1,2,3,4-tetrahydronaphthalene-2,3-diol

[*42200-33-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナドロール（$C_{17}H_{27}NO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄褐白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又はクロロホルムに溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 137 ℃

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1585 cm^{-1}，1460 cm^{-1}，1092 cm^{-1}，935 cm^{-1} 及び 770 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.5 g をメタノール/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び対照液としてメタノール/クロロホルム混液（1：1）100 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した厚さ 0.25 mm の薄層板に，原線に沿って約 10 mm の間隔で，それぞれ長さ 25 mm にスポットする．次にアセトン/クロロホルム/薄めたアンモニア試液（1 → 3）混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射し，試料溶液の主スポット及び主スポット以外のスポットの位置を確認する．次に試料溶液の主スポット部分及び主スポット以外のスポット部分のシリカゲルをかきとり，主スポット部分にはエタノール（95）30 mL，主スポット以外のスポット部分にはエタノール（95）10 mL を正確に加えて 60 分間振り混ぜた後，遠心分離する．これらの上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，波長 278 nm における吸光度を測定する．別に対照液の試料溶液の主スポットに対応する部分及び主スポット以外のスポット部分に対応する部分をそれぞれかきとり，以下同様に操作し空試験を行い，補正する．次式により類縁物質の量を計算するとき，その量は 2.0 % 以下である．

$$\text{類縁物質の量（\%）} = \{A_b / (A_b + 3A_a)\} \times 100$$

A_a：補正した主スポット部分から得られた吸光度

A_b：補正した主スポット以外のスポット部分から得られた吸光度

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 0.01 g をとり，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により，波数 1585 cm^{-1} 付近の吸収帯の透過率が 25 ～ 30 % の範囲になるように調製し，1600 ～ 1100 cm^{-1} における赤外吸収スペクトルを測定する．得

られた赤外吸収スペクトルから波数 1265 cm^{-1} 付近（ラセミ体 A）及び 1250 cm^{-1} 付近（ラセミ体 B）における透過率 T_{1265} 及び T_{1250} を読み取り，それぞれの吸光度 A_{1265} 及び A_{1250} を求めるとき，A_{1265}/A_{1250} は 0.72 ～ 1.08 である．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.28 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.94 mg $C_{17}H_{27}NO_4$

貯　法

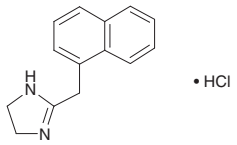
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ナファゾリン塩酸塩

Naphazoline Hydrochloride

塩酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2$・HCl：246.74

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monohydrochloride ［*550-99-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン塩酸塩（$C_{14}H_{14}N_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：255 ～ 260 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）10 mL に臭素試液 5 mL を加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）30 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を 80 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 117 ～ 120 ℃ である．

（3）　（2）の残留物 0.02 g に希塩酸 2 ～ 3 滴及び水 5 mL を加えて溶かし，ライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，赤紫色の結晶性の沈殿を生じる．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.67 mg $C_{14}H_{14}N_2$・HCl

貯　法

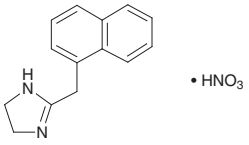
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ナファゾリン硝酸塩

Naphazoline Nitrate

硝酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3：273.29

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole mononitrate ［*5144-52-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）10 mL に臭素試液 5 mL を加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）20 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を 80 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 117 ～ 120 ℃ である．

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

融　点〈*2.60*〉　167 ～ 170 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.33 mg $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ナファゾリン・クロルフェニラミン液

Naphazoline and Chlorpheniramine Solution

本品は定量するとき，ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$：273.29）0.045 ～ 0.055 w/v% 及びクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）0.09 ～ 0.11 w/v% を含む．

製 法

ナファゾリン硝酸塩	0.5 g
クロルフェニラミンマレイン酸塩	1 g
クロロブタノール	2 g
グリセリン	50 mL
精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品 20 mL に水酸化カリウム溶液（7 → 10）2 mL 及びピリジン 5 mL を加え，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，液は赤色を呈する（クロロブタノール）．

（2） 本品 10 mL を共栓試験管にとり，エタノール（95）10 mL，水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅（Ⅱ）二水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加え，振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

（3） 本品 20 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層を分取する．この液 5 mL をとり，溶媒を留去し，残留物をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 0.01 g ずつをそれぞれメタノール 10 mL 及び 5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（73：15：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポット並びにそれらに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定 量 法 本品 4 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に 105 ℃ で 2 時間乾燥した定量用硝酸ナファゾリン約 50 mg 及び 105 ℃ で 3 時間乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品約 0.1 g をそれぞれ精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク高さに対する硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩のピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対する硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩のピーク高さの比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$）の量（mg）

$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 25)$

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 25)$

W_{Sa}：定量用硝酸ナファゾリンの秤取量（mg）

W_{Sb}：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 エテンザミドのメタノール溶液（1 → 1000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸（1 → 1000）溶液（1 → 500）混液（1：1）

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナファゾリン，クロルフェニラミンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

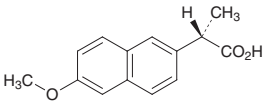
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ナプロキセン

Naproxen



$C_{14}H_{14}O_3$：230.26

(2*S*)−2−(6−Methoxynaphthalen−2−yl)propanoic acid

［*22204−53−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナプロキセン（$C_{14}H_{14}O_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はクロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし，水 5 mL を加えた後，ヨウ化カリウム試液 2 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄色〜黄褐色を呈する．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 300）1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び *N*,*N*′−ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に 20 分間放置する．冷後，過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：+63.0 〜 +68.5°（乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　154 〜 158 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 g をアセトン 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.070 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をエタノール（99.5）/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（99.5）/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/ジクロロメタン/テトラヒドロフラン/酢酸（100）混液（50：30：17：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（4 → 5）100 mL を加え，必要ならば穏やかに加温して溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 23.03 mg $C_{14}H_{14}O_3$

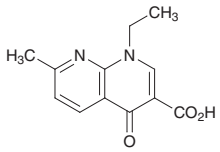
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ナリジクス酸

Nalidixic Acid



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

1−Ethyl−7−methyl−4−oxo−1,4−dihydro−1,8−naphthyridine−3−carboxylic acid ［*389−08−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナリジクス酸（$C_{12}H_{12}N_2O_3$）99.0 〜 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色〜淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　225 ～ 231 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，急冷してろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える（0.012 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かす．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のナリジクス酸以外のピーク面積は，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のナリジクス酸以外のピークの合計面積は標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 6.24 g を水 950 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 2.8 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：ナリジクス酸の保持時間が約 19 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナリジクス酸の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たナリジクス酸のピーク面積が，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル 25 mg を水/メタノール混液（1：1）100 mL に溶かした液 1 mL に，水を加えて 10 mL とする．この液 5 mL に標準溶液 5 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ナリジクス酸の順に溶出し，その分離度は 13 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ナリジクス酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に水/メタノール混液（89：11）13 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

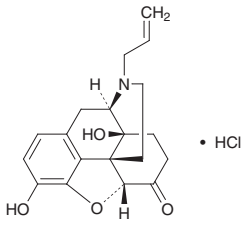
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 23.22 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯 法 容 器　気密容器．

ナロキソン塩酸塩

Naloxone Hydrochloride

塩酸ナロキソン



$C_{19}H_{21}NO_4$・HCl：363.84

(5*R*,14*S*)-17-Allyl-4,5-epoxy-3,14-dihydroxymorphinan-6-one monohydrochloride ［*357-08-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ナロキソン塩酸塩（$C_{19}H_{21}NO_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は吸湿性である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は，塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：－170 ～ －181°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5～ 5.5 である．

純度試験　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品 0.08 g をメタノール 10 mL に溶か

し，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア飽和 1-ブタノール試液/メタノール混液（20：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下〔0.1 g，105 ℃，5 時間，放冷にはデシケーター（酸化リン（Ⅴ））を用いる〕．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.38 mg $C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

吸水軟膏
Absorptive Ointment

製 法

白色ワセリン	400 g
セタノール	100 g
サラシミツロウ	50 g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	50 g
ラウロマクロゴール	5 g
パラオキシ安息香酸エチル 又はパラオキシ安息香酸メチル	1 g
パラオキシ安息香酸ブチル 又はパラオキシ安息香酸プロピル	1 g
精製水	適量
全 量	1000 g

本品は「白色ワセリン」，「セタノール」，「サラシミツロウ」，「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」及び「ラウロマクロゴール」をとり，水浴上で加熱して溶かし，かき混ぜて約 75 ℃ に保ち，これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸エチル」又は「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラオキシ安息香酸ブチル」又は「パラオキシ安息香酸プロピル」を「精製水」に加え，80 ℃ に加温して溶かした液を加え，かき混ぜて乳液とした後，冷却し，固まるまでよくかき混ぜて製する．

性 状 本品は白色で光沢があり，わずかに特異なにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

親水軟膏
Hydrophilic Ointment

製 法

白色ワセリン	250 g
ステアリルアルコール	200 g
プロピレングリコール	120 g
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60	40 g
モノステアリン酸グリセリン	10 g
パラオキシ安息香酸メチル	1 g
パラオキシ安息香酸プロピル	1 g
精製水	適 量
全 量	1000 g

本品は「白色ワセリン」，「ステアリルアルコール」，ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60 及び「モノステアリン酸グリセリン」をとり，水浴上で加熱して溶かし，かき混ぜ，約 75 ℃ に保ち，これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラオキシ安息香酸プロピル」を「プロピレングリコール」に加え，必要ならば加温して溶かし，「精製水」に加えて約 75 ℃ に加温した液を加え，かき混ぜて乳液とした後，冷却し，固まるまでよくかき混ぜて製する．

性 状 本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

白色軟膏
White Ointment

製 法

サラシミツロウ	50 g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	20 g
白色ワセリン	適 量
全 量	1000 g

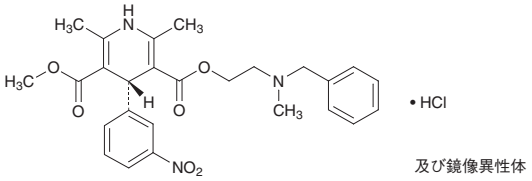
以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

ニカルジピン塩酸塩

Nicardipine Hydrochloride
塩酸ニカルジピン



及び鏡像異性体

$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99
2-[Benzyl(methyl)amino]ethyl methyl (4*RS*)-
2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-
3,5-dicarboxylate monohydrochloride ［*54527-84-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品はわずかに緑みを帯びた黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又は無水酢酸に溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品 0.02 g に水 10 mL 及び硝酸 3 mL を加えて溶かした液は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　167 ～ 171 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸溶液（43 → 50000）/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ニカルジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びニフェジピン 2 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，ニフェジピンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 3 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 51.60 mg $C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ニカルジピン塩酸塩注射液

Nicardipine Hydrochloride Injection
塩酸ニカルジピン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99）を含む．

製　法　本品は「ニカルジピン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」1 mg に対応する容量をとり，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 235 ～ 239 nm 及び 351 ～ 355 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　3.0 ～ 4.5

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」5 mg に対応する容量を量り，移動相を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　8.33 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ニカルジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸ニカルジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジ-*n*-ブチルのメタノール溶液（1 → 625）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 320 mL にメタノール 680 mL を加える．

流量：ニカルジピンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

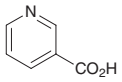
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ニコチン酸

Nicotinic Acid



$C_6H_5NO_2$：123.11

Pyridine-3-carboxylic acid ［*59-67-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸（$C_6H_5NO_2$）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品 0.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

融　点〈*2.60*〉　234 ～ 238 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に希塩酸 3 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（4） ニトロ化合物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 8 mL 及び水を加えて溶かし 20 mL とするとき，液の色は色の比較液 A より濃くない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 12.31 mg $C_6H_5NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

ニコチン酸注射液

Nicotinic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 110 % に対応するニコチン酸（$C_6H_5NO_2$：123.11）を含む．

製 法 本品は「ニコチン酸」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加えることができる．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ニコチン酸」0.1 g に対応する容量をとり，希塩酸 0.3 mL を加えた後，水浴上で濃縮して 2 mL とする．冷後，析出した結晶をろ取し，少量の氷冷した水で，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 234 ～ 238 ℃ である．また，このものにつき，「ニコチン酸」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の乾燥した結晶 0.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 263 nm に吸収の極大を示し，235 ～ 239 nm に吸収の極小を示す．また，この液の吸収極大の波長における吸光度を A_1，吸収極小の波長における吸光度を A_2 とするとき，A_2/A_1 は 0.35 ～ 0.39 である．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のニコチン酸（$C_6H_5NO_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にニコチン酸標準品を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニコチン酸（$C_6H_5NO_2$）の量（mg） = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ニコチン酸標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 カフェインの移動相溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液（4：1）に溶かし，1000 mL とする．

流量：カフェインの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

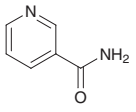
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

ニコチン酸アミド

Nicotinamide



$C_6H_6N_2O$：122.12

Pyridine-3-carboxamide ［98-92-0］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸アミド（$C_6H_6N_2O$）98.5 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は

赤色を呈する．

（2） 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，注意して煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（3） 本品 0.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸アミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

融　点〈2.60〉 128 ～ 131 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びニコチン酸アミド標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを水 3 mL に溶かした後，それぞれに移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 8 mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸アミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニコチン酸アミド（$C_6H_6N_2O$）の量（mg） = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：乾燥したニコチン酸アミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 ニコチン酸溶液（1 → 1250）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 700 mL にメタノール 300 mL を加える．

流量：ニコチン酸アミドの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

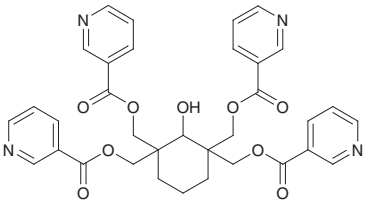
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸，ニコチン酸アミドの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸アミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

ニコモール

Nicomol



$C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64

(2-Hydroxycyclohexane-1,1,3,3-tetrayl)tetramethyl tetranicotinate ［*27959-26-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）98.0 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.02 g を混ぜ，希エタノール 2 mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を希塩酸 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈2.60〉 181 ～ 185 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 25 mL に 0.01

mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.6 g を希硝酸 15 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 15 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/エタノール（95)/アセトニトリル/酢酸エチル混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 80.08 mg $C_{34}H_{32}N_4O_9$

貯 法 容 器 気密容器．

ニコモール錠
Nicomol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64）を含む．

製 法 本品は「ニコモール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ニコモール」0.5 g に対応する量をとり，クロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ニコモール」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，溶出試験第 1 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 225$

W_S：定量用ニコモールの秤取量（mg）
C：1 錠中のニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）の表示量（mg）

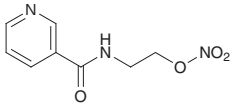
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）約 1 g に対応する量を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え，よく振り混ぜ，水を加えて正確に 500 mL とし，ろ過する．初めのろ液 50 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 50 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (25 / 2)$

W_S：定量用ニコモールの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

ニコランジル
Nicorandil



$C_8H_9N_3O_4$：211.17
N−[2−(Nitrooxy)ethyl]pyridine−3−carboxamide
[*65141−46−0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ニコランジル（$C_8H_9N_3O_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶である．

本品はメタノール，エタノール（99.5），酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約 92 ℃（分解）．

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

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g を希エタノール 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL，希エタノール 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.010 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ニコランジルに対する相対保持時間が約 0.86 の *N*–(2–ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステルのピーク面積はニコランジルのピーク面積の 0.5 % 以下，それ以外のそれぞれのピークの面積は 0.1 % 未満，ニコランジル及び *N*–(2–ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル以外のピークの合計面積は全ピーク面積の 0.25 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/トリエチルアミン/トリフルオロ酢酸混液（982：10：5：3）

流量：ニコランジルの保持時間が約 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニコランジルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 500 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たニコランジルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニコランジルのピーク面積の 2 ～ 8 % になることを確認する．

システムの性能：*N*–(2–ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル 10 mg を移動相に溶かし，100 mL とする．この液 1 mL をとり，試料溶液 10 mL を加えた液につき，上記の条件で操作するとき，*N*–(2–ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル，ニコランジルの順に溶出し，その分離度は 3.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニコランジルのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水 分〈2.48〉 0.1 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.12 mg $C_8H_9N_3O_4$

貯 法

保存条件 2 ～ 8 ℃ で保存する．

容 器 気密容器．

二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO_2：44.01

本品は定量するとき，二酸化炭素（CO_2）99.5 vol% 以上を含む．

性 状 本品は室温，大気圧下においては無色のガスで，においはない．

本品 1 mL は水 1 mL に溶け，微酸性である．

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.978 g である．

確認試験

（1） 本品に燃えている木片を入れるとき，直ちに消える．

（2） 本品を水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿を分取し，酢酸（31）を加えるとき，泡立って溶ける．

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間，18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする．

（1） 酸 新たに煮沸して冷却した水 50 mL をネスラー管に入れ，口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，本品 1000 mL を 15 分間で通じた後，メチルオレンジ試液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は次の比較液より濃くない．

比較液：新たに煮沸して冷却した水 50 mL をネスラー管に入れ，メチルオレンジ試液 0.10 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える．

（2） リン化水素，硫化水素及び有機還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ硝酸銀・アンモニア試液 25 mL 及びアンモニア試液 3 mL を加え，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の混濁又は着色は B 液のものと同じである．

（3） 一酸化炭素 本品 5.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，一酸化炭素の流出位置にピークを認めない．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL 及び空気 0.1 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて 100 mL とし，よく混合する．その 5.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素，一酸化炭素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する．

（4） 酸素及び窒素　本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，空気のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合して標準混合ガスとする．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積 A_S を求めるとき，A_T は A_S より大きくない．また，そのほかにピークを認めない．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，窒素，二酸化炭素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：標準混合ガス 1.0 mL から得た窒素のピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する．

定 量 法　本品の採取には純度試験を準用する．適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液（1 → 2）125 mL を入れる．次に本品約 100 mL を水を満たした約 100 mL のガスビュレット中に精密に量り，これをガスピペットに移し，5 分間振り混ぜる．吸収されずに残るガスを時々ガスビュレットに戻し，その容量を量りながらこの操作を繰り返す．吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき，その容量を量り，V（mL）とする．V の採取量を 20 ℃ で，気圧 101.3 kPa の容量に換算する．

二酸化炭素（CO_2）の量（mL）

＝ 試料の採取量換算値（mL） − V の換算値（mL）

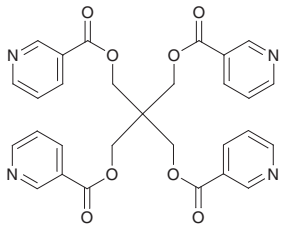
貯　法

保存条件　40 ℃ 以下で保存する．

容　　器　耐圧金属製密封容器．

ニセリトロール

Niceritrol



$C_{29}H_{24}N_4O_8$：556.52

Pentaerythritol tetranicotinate

［*5868-05-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセリトロール（$C_{29}H_{24}N_4O_8$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　162 ～ 165 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 70 ℃ で 20 分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を用いる（2 ppm 以下）．

（4） ピリジン　本品 0.5 g を，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に

ピリジン約 0.1 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 0.5 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク面積を測定するとき，試料溶液のピリジンのピーク面積は標準溶液のピリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を酸処理及びシラン処理した 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ピリジンの保持時間が約 2 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピリジンのピークの理論段数は 1500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピリジンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

（5） 遊離酸　本品約 1 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，クロロホルム 20 mL に溶かし，水 20 mL，次に 10 mL でよく振り混ぜて抽出する．全抽出液を合わせ，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．次の式によって計算するとき，ニコチン酸（$C_6H_5NO_2$：123.11）に換算した遊離酸の量は 0.1 % 以下である．

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 1.231 mg $C_6H_5NO_2$

（6） 類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

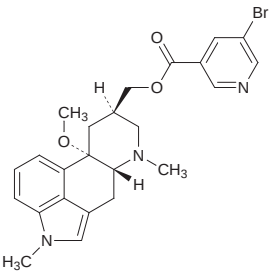
定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を付け，20 分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 69.57 mg $C_{29}H_{24}N_4O_8$

貯 法 容 器　密閉容器．

ニセルゴリン

Nicergoline



$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39

[(8*R*,10*S*)−10−Methoxy−1,6−dimethylergolin−8−yl]methyl 5−bromopyridine−3−carboxylate

[*27848−84−6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，エタノール（99.5）又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に淡褐色となる．

融点：約 136 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+5.2 ～ +6.2°（乾燥後，0.5 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつ

を正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニセルゴリンのピークに対する相対保持時間約 0.5 の類縁物質のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 4 倍より大きくない．また，試料溶液のニセルゴリン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 2.5 倍より大きくなく，ピーク面積が標準溶液のニセルゴリンのピーク面積より大きいものは 2 個以下である．更に試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 7.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加えて pH 7.0 に調整する．この液 350 mL にメタノール 350 mL 及びアセトニトリル 300 mL を加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（2 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ニトロベンゼン 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ニュートラルレッド試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.22 mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ニセルゴリン散
Nicergoline Powder

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39）を含む．

製 法 本品は「ニセルゴリン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「ニセルゴリン」10 mg に対応する量をとり，薄めたエタノール（4 → 5）20 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，10 分間遠心分離する．上澄液 2 mL に，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 226 ～ 230 nm 及び 286 ～ 290 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 定量法で得た試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ニセルゴリン以外のピークの合計量は 2.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：定量法で得た標準溶液 1 mL にアセトニトリル/水混液（17：3）を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品のニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 225 nm における吸光度

A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 250 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の表示量に対する溶出率（%）
$= (W_S / W_T) \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）
C：1 g 中のニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の表示量（mg）

粒　度〈*6.03*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH 7.0 に調整する．この液 350 mL にメタノール 350 mL 及びアセトニトリル 300 mL を加える．
流量：ニセルゴリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ニセルゴリン錠
Nicergoline Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39）を含む．

製　法　本品は「ニセルゴリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニセルゴリン」10 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）20 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 2 mL に，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 226 ～ 230 nm 及び 286 ～ 290 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　定量法で得た試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ニセルゴリン以外のピークの合計量は 2.0 % 以下である．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約 2 倍の範囲
システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：定量法で得た標準溶液 1 mL にアセトニトリル/水混液（17：3）を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたエタノール（4 → 5）25 mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，5 分間振り混ぜる．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたエタノール（4 → 5）25 mL を正確に加えて溶かす．この液 4 mL を正確に量り，薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 288 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 340 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の量 （mg）
$= W_S \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (1 / 2)$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

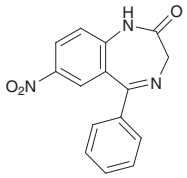
W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH 7.0 に調整する．この液 350 mL にメタノール 350 mL 及びアセトニトリル 300 mL を加える．
流量：ニセルゴリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ニトラゼパム

Nitrazepam



$C_{15}H_{11}N_3O_3$：281.27
7-Nitro-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one
［*146-22-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトラゼパム（$C_{15}H_{11}N_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はエタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 227 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 500）3 mL に水酸化ナトリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） （2）のろ液 0.5 mL に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，ニンヒドリン試液 2 mL を加えて水浴上で加熱するとき，液は紫色を呈する．

（4） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をアセトン 20 mL に溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にニトロメタン/酢酸エチル混液（17：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線

（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.13 mg $C_{15}H_{11}N_3O_3$

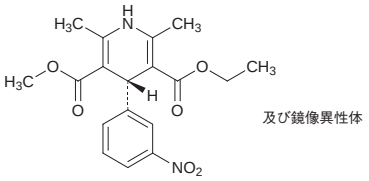
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ニトレンジピン

Nitrendipine



$C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36

3-Ethyl 5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

［*39562-70-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は黄色の結晶性の粉末である．

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

本品は光によって徐々に帯褐黄色となる．

本品のアセトニトリル溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 80000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融 点〈2.60〉 157 ～ 161 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本操作は，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品 40 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，次式により類縁物質の量を求めるとき，ニトレンジピンに対する相対保持時間約 0.8 の類縁物質は 1.0 % 以下であり，ニトレンジピンに対する相対保持時間約 1.3 の類縁物質は 0.25 % 以下であり，その他の個々の類縁物質はそれぞれ 0.2 % 以下である．また，ニトレンジピン以外の類縁物質の合計量は 2.0 % 以下である．

類縁物質の量（%）= A_T / A_S

A_T：試料溶液から得たニトレンジピン以外の各々のピーク面積

A_S：標準溶液から得たニトレンジピンのピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液（14：6：5）

流量：ニトレンジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニトレンジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たニトレンジピンのピーク面積が標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 3 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，移動相を加えて 100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 100）60 mL に溶かし，水 50 mL を加え，0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液で滴定〈2.50〉する（指示薬：1,10-フェナントロリン試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤だいだい色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液 1 mL
= 18.02 mg $C_{18}H_{20}N_2O_6$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ニトレンジピン錠
Nitrendipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36）を含む．

製　法　本品は「ニトレンジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニトレンジピン」5 mg に対応する量をとり，メタノール 70 mL を加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL にメタノールを加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 234 ～ 238 nm 及び 350 ～ 354 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品 1 個をとり，薄めたアセトニトリル（4 → 5）15 mL を加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に 10 分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて正確に 20 mL とし，遠心分離する．ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）約 1 mg に対応する容量の上澄液 V mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / V) \times (1 / 5)$

W_S：定量用ニトレンジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル（4 → 5）溶液（1 → 10000）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．試験液として，5 mg 錠にはポリソルベート 80　3 g に水を加えて 5000 mL とした液を，10 mg 錠にはポリソルベート 80　3 g に水を加えて 2000 mL とした液を用いる．本品 1 個をとり，試験液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）約 5.6 μg を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のニトレンジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：定量用ニトレンジピンの秤取量（mg）
C：1 錠中のニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の表示量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：356 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液（14：6：5）
流量：ニトレンジピンの保持時間が約 9 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニトレンジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品 20 個をとり，薄めたアセトニトリル（4 → 5）150 mL を加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に 10 分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）約 2 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，薄めたアセトニトリル（4 → 5）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50)$

W_S：定量用ニトレンジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル（4 → 5）溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液（14：6：5）

流量：ニトレンジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ニトログリセリン錠

Nitroglycerin Tablets

本品は定量するとき，表示量の 80 ～ 120 % に対応するニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$：227.09）を含む．

製　法　本品はニトログリセリンをとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）6 mg に対応する量をとり，ジエチルエーテル 12 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 5 mL をとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物を硫酸 1 ～ 2 滴に溶かし，ジフェニルアミン試液 1 滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2）　（1）の試料溶液 5 mL をとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物に水酸化ナトリウム試液 5 滴を加え，小さい炎の上で加熱し，約 0.1 mL に濃縮する．冷後，残留物に硫酸水素カリウム 0.02 g を加えて加熱するとき，アクロレインのにおいを発する．

純度試験　遊離硝酸イオン　本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）20 mg に対応する量を精密に分液漏斗にとり，イソプロピルエーテル 40 mL 及び水 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，水層を分取する．この液にイソプロピルエーテル 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，水層を分取してろ過し，試料溶液とする．別に硝酸標準液 10 mL を分液漏斗にとり，水 30 mL 及び試料溶液の調製に用いた初めのイソプロピルエーテル層 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつをそれぞれ別のネスラー管にとり，水 30 mL 及びグリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ，30 分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，1 mL 中にニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）約 30 μg を含む液となるように酢酸（100）VmL を正確に加え，1 時間激しく振り混ぜ，錠剤を崩壊させた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．もし，この方法で錠剤が崩壊しないときは，本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，酢酸（100）0.05 mL を加えて潤し，ガラス棒ですりつぶした後，ガラス棒を洗いながら 1 mL 中にニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）約 30 μg を含む液となるように酢酸（100）を加えて正確に V mL とし，1 時間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ，15 分間放置した後，水 10 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）約 12 mL を加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，酢酸（100）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 410 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 2000) \times 0.7487$

W_S：硝酸カリウムの秤取量（mg）

試料 10 個の個々の含量から平均含量を計算するとき，その値と個々の含量との偏差（%）が 25 % 以下のときは適合とする．また，偏差が 25 % を超え，30 % 以下のものが 1 個のときは，更に試料 20 個について試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均含量と個々の含量との偏差（%）を計算するとき，25 % を超え 30 % 以下のものが 1 個以下で，かつ 30 % を超えるものがないときは適合とする．

崩 壊 性〈*6.09*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は 2 分間とし，補助盤は用いない．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，軽く圧して崩壊させる．ニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）約 3.5 mg に対応する量を精密に量り，酢酸（100）50 mL を正確に加え，1 時間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ，15 分間

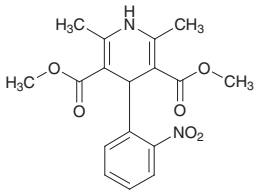
放置した後，水 10 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）約 12 mL を加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，酢酸（100）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 410 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20) \times 0.7487$

W_S：硝酸カリウムの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して，20 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

ニフェジピン
Nifedipine



$C_{17}H_{18}N_2O_6$：346.33
Dimethyl 2,6-dimethyl-4-(2-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate ［*21829-25-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ニフェジピン（$C_{17}H_{18}N_2O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はアセトン又はジクロロメタンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 0.05 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，塩酸 5 mL 及び亜鉛粉末 2 g を加え，5 分間放置した後，ろ過する．ろ液につき，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を行うとき，液は赤紫色を呈する．

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

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

融　点〈2.60〉　172 ～ 175 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g をアセトン 5 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉　本品 2.5 g に希酢酸 12 mL 及び水 13 mL を加え，沸騰するまで加熱する．冷後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉（2）のろ液 4 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える（0.054 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 塩基性物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 5.0 g にアセトン/酢酸（100）混液（5：3）80 mL を加えて溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.02 mol/L 過塩素酸の消費量は 1.9 mL 以下である．

（7） 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.15 g をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル 10 mg をとり，ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液（3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.12 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 350 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ニフェジピン（$C_{17}H_{18}N_2O_6$）の量（mg）
$= (A / 142.3) \times 40000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

日本脳炎ワクチン
Japanese Encephalitis Vaccine

本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の日本脳炎ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は無色の澄明又はわずかに白濁した液である．

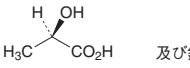
乾燥日本脳炎ワクチン
Freeze-dried Japanese Encephalitis Vaccine

本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む用時溶解して用いる注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥日本脳炎ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

乳酸
Lactic Acid



及び鏡像異性体

$C_3H_6O_3$：90.08

(2*RS*)-2-Hydroxypropanoic acid ［*50-21-5*］

本品は乳酸及び無水乳酸の混合物である．

本品は定量するとき，乳酸（$C_3H_6O_3$）85.0 ～ 92.0 % を含む．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに不快でないにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は吸湿性である．

比重　d_{20}^{20}：約 1.20

確認試験　本品の水溶液（1 → 50）は青色リトマス紙を赤変し，この液は乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g に水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液が微赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し，更に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品 4.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5）　糖類　本品 1.0 g に水 10 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を加えて中性とし，フェーリング試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない．

（6）　クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸　本品 1.0 g に水 1.0 mL を加え，更に水酸化カルシウム試液 40 mL を加え，2 分間煮沸するとき，液は変化しない．

（7）　グリセリン又はマンニトール　本品 10 mL にジエチルエーテル 12 mL を加えて振り混ぜるとき，液は混濁しない．

（8）　揮発性脂肪酸　本品を加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

（9）　シアン化物　本品 1.0 g をネスラー管にとり，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）1.5 mL 及び水を加えて 20 mL とした後，水浴中で 10 分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸 1 滴を加え，次いで pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 10 mL 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 0.25 mL を加えて直ちに栓をして静かに混和し，5 分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液 15 mL 及び水を加えて 50 mL とし，25 ℃ で 30 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液 1.0 mL を正確に量り，水を加えて 20 mL とする．この液 1.0 mL をネスラー管にとり，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，以下同様に操作する．

(10)　硫酸呈色物　あらかじめ 15 ℃ にした本品 5 mL をあらかじめ 15 ℃ にした硫酸呈色物用硫酸 5 mL に徐々に層積し，15 ℃ で 15 分間放置するとき，境界面に暗色の輪帯を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 3 g を三角フラスコ中に精密に量り，正確に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を加え，時計皿で覆い，10 分間水浴上で加熱し，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

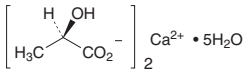
1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 90.08 mg $C_3H_6O_3$

貯 法 容 器　気密容器．

乳酸カルシウム水和物

Calcium Lactate Hydrate

乳酸カルシウム



及び鏡像異性体

$C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$：308.29

Monocalcium bis[(2*RS*)−2−hydroxypropanoate] pentahydrate ［*63690−56−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，乳酸カルシウム（$C_6H_{10}CaO_6$：218.22）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに酸味がある．

本品 1 g は水 20 mL に徐々に溶け，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は常温でやや風解し，120 ℃ で無水物となる．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はカルシウム塩及び乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　（1）の溶液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に水 30 mL 及び希酢酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし，塩化アンモニウム 0.5 g を加えて煮沸し，シュウ酸アンモニウム試液 20 mL を加え，水浴上で 1 時間加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し，恒量になるまで 450 ～ 550 ℃ で強熱するとき，残留物は 5 mg 以下である．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g に水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かす．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

（6）　揮発性脂肪酸　本品 1.0 g に硫酸 2 mL を加えて加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　25.0 ～ 30.0 %（1 g，初め 80 ℃ で 1 時間，次に 120 ℃ で 4 時間）．

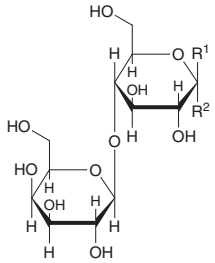
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水を加えて水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.5 mL を加えて 3 ～ 5 分間放置した後，NN 指示薬 0.1 g を加え，直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が青色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 4.364 mg $C_6H_{10}CaO_6$

貯 法 容 器　気密容器．

無水乳糖

Anhydrous Lactose



α-乳糖：R^1=H, R^2=OH
β-乳糖：R^1=OH, R^2=H

$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β−D−Galactopyranosyl−(1→4)−*β*−D−glucopyranose (*β*−lactose)

β−D−Galactopyranosyl−(1→4)−*α*−D−glucopyranose (*α*−lactose)

［*63−42−3*，無水乳糖］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は *β*−乳糖又は *β*−乳糖と *α*−乳糖の混合物である．

本品の *α*，*β*−異性体比より決定した *α*，*β*−乳糖含有率を表示する．

◆**性　状**　本品は白色の結晶又は粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆無水乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+54.4 ～ +55.9 °　本品の換算した脱水物約 10 g に相当する量を精密に量り，50 ℃ に加温した水 80 mL に溶かした後，放冷する．冷却後，アンモニア試液 0.2 mL を加え 30 分間放置する．次に水で正確に 100 mL とし，この液につき，層長 100 mm で測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.04 以下である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 6 g を新たに煮沸し冷却した水 25 mL に加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン

試液 0.3 mL を加えるとき，液は無色である．この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

◆（3） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．◆

（4） たん白質及び光吸収物質 本品 1.0 g をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 210 ～ 220 nm における吸光度は 0.25 以下，270 ～ 300 nm における吸光度は 0.07 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，2 時間）．

水 分〈2.48〉 1.0 % 以下（1 g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液（2：1）を用いる）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

◆**微生物限度**〈4.05〉 試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 100 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 50 以下である．またサルモネラ及び大腸菌は認めない．◆

異性体比 本品 1 mg を 5 mL のガスクロマトグラフィー用スクリューカップ付き反応バイアルにとり，ジメチルスルホキシド 0.45 mL を加え，栓をしてよく振り混ぜる．ピリジン/トリメチルシリルイミダゾール混液（72：28）1.8 mL を加えて混和後，20 分間放置し，試料溶液とする．試料溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．液の α-乳糖のピーク面積 A_a 及び β-乳糖のピーク面積 A_b を測定し，本品中の β-乳糖の含有率（%）を次式により計算する．

$$\beta\text{-乳糖の含有率（\%）} = \{A_b / (A_a + A_b)\} \times 100$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

試料導入部の温度：約 275 ℃

カラム：内径 4 mm，長さ 0.9 m のガラスカラムにガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル－25 % シアノプロピル－メチルシリコーンポリマーをガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：215 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約 40 mL の一定流量

システム適合性

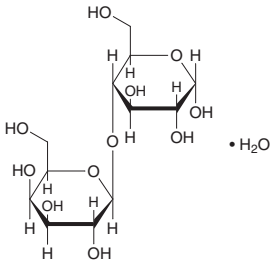
システムの性能：α-乳糖・β-乳糖混合物（1：1）1 mg につき，試料溶液と同様に操作し，その 2 μL につき，上記の操作条件で操作するとき，β-乳糖に対する α-乳糖の相対保持時間比は約 0.7 で，その分離度が 3.0 以上のものを用いる．

◆**貯 法 容 器** 密閉容器．◆

乳糖水和物

Lactose Hydrate

乳糖



$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$：360.31

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose monohydrate

[*64044-51-5*，α-及び β-乳糖一水和物の混合物]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose の一水和物である．

◆本品は乳から得られる天然の二糖類で，1 個のグルコース単位と 1 個のガラクトース単位からなる．◆

◆本品のうち造粒した粉末はその旨表示する．◆

◆**性 状** 本品は白色の結晶，粉末又は造粒した粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+54.4 ～ +55.9 ° 本品の換算した脱水物約 10 g に相当する量を精密に量り，50 ℃ に加温した水 80 mL に溶かした後，放冷する．冷後，アンモニア試液 0.2 mL を加え 30 分間放置する．次に水で正確に 100 mL とし，この液につき，層長 100 mm で測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.04 以下である．

（2） 酸又はアルカリ 本品 6 g を新たに煮沸して冷却した水 25 mL に加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき，液は無色である．この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.4 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

◆（3） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g を温湯 20 mL に溶かし，これに 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，水を加えて 50 mL とし，以下第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び鉛標準液 2.0 mL を

加える（5 ppm 以下）.◆

（4） たん白質及び光吸収物質　本品 1.0 g をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 210 ～ 220 nm における吸光度は 0.25 以下，270 ～ 300 nm における吸光度は 0.07 以下である．

◆**乾燥減量**〈2.41〉 0.5 % 以下．ただし，造粒した粉末は 1.0 % 以下とする（1 g，80 ℃，2 時間）.◆

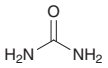
水　分〈2.48〉 4.5 ～ 5.5 %.◆ただし，造粒した粉末は 4.0 ～ 5.5 % とする◆(1 g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液（2：1）を用いる）.

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

◆**微生物限度**〈4.05〉 試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 100 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 50 以下である．またサルモネラ及び大腸菌は認めない.◆

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器.◆

尿素
Urea



CH_4N_2O：60.06
Urea ［*57-13-6*］

本品は定量するとき，尿素（CH_4N_2O）99.0 % 以上を含む.

性　状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，冷涼な塩味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，沸騰エタノール（95）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 100）は中性である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を加熱するとき，液化してアンモニアのにおいを発する．更に液が混濁するまで加熱を続けた後，冷却し，生じた塊を水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL の混液に溶かし，これに硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は帯赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 1 mL に溶かし，硝酸 1 mL を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

融　点〈2.60〉 132.5 ～ 134.5 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.007 % 以下）.

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）.

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（4） エタノール不溶物　本品 5.0 g を温エタノール（95）50 mL に溶かし，質量既知のガラスろ過器（G4）でろ過し，残留物を温エタノール（95）20 mL で洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

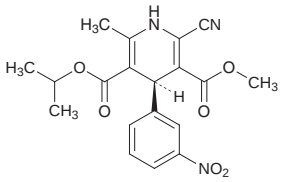
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，水に溶かして正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確にケルダールフラスコにとり，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.3003 mg CH_4N_2O

貯　法　容　　器　密閉容器.

ニルバジピン
Nilvadipine



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37
3-Methyl 5-(1-methylethyl) (4*RS*)-2-cyano-6-methyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate
［*75530-68-6*］

本品は定量するとき，ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む.

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

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

本品のアセトニトリル溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニルバジピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈2.60〉 167 ～ 171 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（2） 類縁物質　本品 20 mg をアセトニトリル 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条

件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，個々の類縁物質は 0.3 % 以下である．また，それらの合計は 0.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 7.4 のリン酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液（32：27：18）

流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニルバジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たニルバジピンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニルバジピンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3300 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.1 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びニルバジピン標準品約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 20 mL を正確に加えた後，水 20 mL 及びメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 アセナフテンのメタノール溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 10 mL を加えた後，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整する．この液にアセトニトリル 900 mL を加えて混和する．

流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

ニルバジピン錠
Nilvadipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37）を含む．

製 法 本品は「ニルバジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ニルバジピン」1 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）100 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 239 ～ 243 nm に吸収の極大を示し，371 ～ 381 nm に幅広い吸収を有する極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，1 mL 中にニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）約 0.2 mg を含む液となるようにアセトニトリル/水混液（7：3）V mL を加える．更に内標準溶液を正確に V mL 加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させる．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加えた後，アセトニトリル/水混液（7：3）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 100)$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 アセナフテンのアセトニトリル溶液（1 → 500）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，メタノール 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に本品の表示量の 10 倍に対応する量のニルバジピン標準品を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，水 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，ニルバジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の表示量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：242 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 7.4 のリン酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液（7：7：6）
流量：ニルバジピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）10 mL を加え，更に内標準溶液 25 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，アセトニトリル/水混液（7：3）を加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，更にアセトニトリル/水混液（7：3）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 4)$

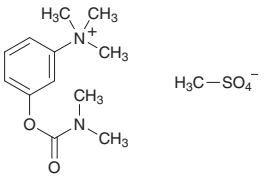
W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　アセナフテンのアセトニトリル溶液（1 → 500）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 10 mL を加えた後，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整する．この液にアセトニトリル 900 mL を加えて混和する．
流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密閉容器．

ネオスチグミンメチル硫酸塩

Neostigmine Methylsulfate
メチル硫酸ネオスチグミン



$C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39
3-(Dimethylcarbamoyloxy)-*N*,*N*,*N*-trimethylanilinium methyl sulfate ［*51-60-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けやすい．

確認試験
（1）本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はネオスチグミンメチル硫酸

塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したネオスチグミンメチル硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融　点〈2.60〉　145 ～ 149 ℃

純度試験

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

（2）　硫酸塩　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（3）　ジメチルアミノフェノール　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，氷冷しながらジアゾベンゼンスルホン酸試液 1 mL を加えるとき，液は呈色しない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のネオスチグミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸収光光度計（測定波長：259 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を用いて pH を 3.0 に調整する．これに 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.871 g を加えて溶かす．この液 890 mL をとり，アセトニトリル 110 mL を加える．

流量：ネオスチグミンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ジメチルアミノフェノール 4 mg 及びネオスチグミンメチル硫酸塩 25 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジメチルアミノフェノール，ネオスチグミンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ネオスチグミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液

Neostigmine Methylsulfate Injection

メチル硫酸ネオスチグミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39）を含む．

製　法　本品は「ネオスチグミンメチル硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：5.0 ～ 6.5

確認試験

本品の表示量に従い「ネオスチグミンメチル硫酸塩」5 mg に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm に吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉　5 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を試料溶液とする．別にネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ネオスチグミンメチル硫酸塩」の定量法を準用する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法

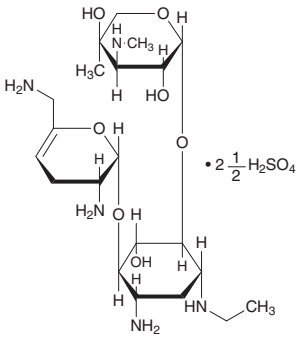
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

ネチルマイシン硫酸塩

Netilmicin Sulfate

硫酸ネチルマイシン



$C_{21}H_{41}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：720.78

3-Deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*glycero*-hex-4-enopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-1-*N*-ethyl-D-streptamine hemipentasulfate

[*56391-57-2*]

本品は，シソマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 595 ～ 720 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ネチルマイシン（$C_{21}H_{41}N_5O_7$：475.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 30 mg を水 3 mL に溶かし，臭素試液 0.2 mL を加えるとき，液の色は直ちに消える．

（2）　本品及びネチルマイシン硫酸塩標準品 15 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後，約 100 ℃ で約 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+88 ～ +96°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品の換算した乾燥物 50 mg に対応する量をとり，水に溶かして 5 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL，1 mL 及び 1.5 mL を正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，約 100 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの合計量は 6 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　15.0 % 以下（0.15 g，減圧・0.67 kPa 以下，110 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の ii を用いる．ただし，滅菌後の pH〈*2.54*〉は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii）　標準溶液　ネチルマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

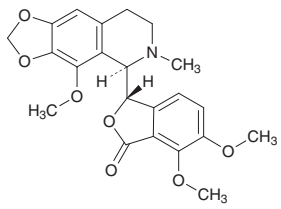
保存条件　遮光して，空気を窒素又はアルゴンで置換して 5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ノスカピン

Noscapine

ナルコチン



$C_{22}H_{23}NO_7$：413.42

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)one　[*128-62-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン（$C_{22}H_{23}NO_7$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

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

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+42 ～ +48°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　174 ～ 177 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.7 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.4 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.02 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　モルヒネ　本品 10 mg に水 1 mL 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL を加え，振り混ぜて溶かし，硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（4）　類縁物質　本品 0.7 g をアセトン 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（60：60：9：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.34 mg $C_{22}H_{23}NO_7$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

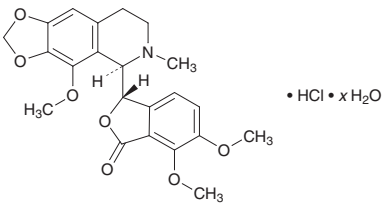
ノスカピン塩酸塩水和物

Noscapine Hydrochloride Hydrate

塩酸ナルコチン

塩酸ノスカピン

ノスカピン塩酸塩



$C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl \cdot xH_2O$

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)-one monohydrochloride hydrate　[*912-60-7*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン塩酸塩（$C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl$：449.88）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，無水酢酸又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈し，次に黄褐色に変わる．

（2）　本品 1 mg にバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液（1 → 200）1 滴を加えるとき，だいだい色を呈する．

（3）　本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし，酢酸ナトリウム

試液 3 滴を加えるとき，白色の綿状の沈殿を生じる．

（4） 本品 1 mg を薄めた硫酸（1 → 35）1 mL に溶かし，クロモトロプ酸溶液（1 → 50）5 滴を加えて混和した後，硫酸 2 mL を滴加するとき，液は紫色を呈する．

（5） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水 5 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上でほとんど留去した後，エタノール（99.5）1 mL を加えて蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 174 ～ 177 ℃ である．

（6） 本品の水溶液（1 → 50）にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 モルヒネ 本品 10 mg を水 1 mL に溶かし，1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL 及び硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 9.0 % 以下（0.5 g，120 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.99 mg $C_{22}H_{23}NO_7$・HCl

貯 法

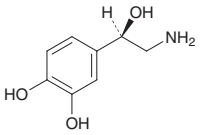
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ノルアドレナリン

Noradrenaline

ノルエピネフリン



及び鏡像異性体

$C_8H_{11}NO_3$：169.18

4-[(1*RS*)-2-Amino-1-hydroxyethyl]benzene-1,2-diol

[*51-41-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*-ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡褐色又はわずかに赤みを帯びた褐色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 溶 状 本品 0.10 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とするとき，液は無色澄明である．

（2） アルテレノン 本品 50 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.1 以下である．

（3） アドレナリン 本品 10.0 mg を薄めた酢酸（100）（1 → 2）2.0 mL に溶かし，この液 1 mL を正確に量り，水を加えて 10 mL とする．この液に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）0.3 mL を混和し，1 分間後に観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：アドレナリン酒石酸水素塩標準品 2.0 mg 及びノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品 90 mg を水に溶かし正確に 10 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 2）1.0 mL 及び水を加えて 10 mL とし，同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，18 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の青紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.92 mg $C_8H_{11}NO_3$

貯 法

保存条件 遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容 器 気密容器．

ノルアドレナリン注射液

Noradrenaline Injection

塩酸ノルアドレナリン注射液

塩酸ノルエピネフリン注射液

ノルエピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応する *dl*-ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$：169.18）を含む．

製　法　本品は「ノルアドレナリン」をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となる．

pH：2.3 ～ 5.0

確認試験　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」1 mg に対応する容量を試験管 A 及び B にとり，それぞれに水 1 mL ずつを加え，A に pH 3.5 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL を，B に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加える．それぞれにヨウ素試液 1.0 mL ずつを加えて 5 分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液 2.0 mL ずつを加えるとき，A は無色～微赤色を呈し，B は濃赤紫色を呈する．

純度試験

（1）　アルテレノン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」10 mg に対応する容量をとり，水を加えて正確に 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.10 以下である．

（2）　アドレナリン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」5 mg に対応する容量をとり，薄めた酢酸（100）（1 → 2）1 mL 及び水を加えて 10 mL とし，以下「ノルアドレナリン」の純度試験（3）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の *dl*−ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$）約 5 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにデンプン試液 0.2 mL を加え，振り動かしながらヨウ素試液を，液が持続する青色を呈するまで滴加した後，更にヨウ素試液 2 mL を加えて振り混ぜる．これに，0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加えて pH を 6.5 とし，更に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加えて振り混ぜ，3 分間放置する．直ちに，これに液が赤紫色となるまでチオ硫酸ナトリウム試液を滴加した後，水を加えて正確に 50 mL とする．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液につき，5 分以内に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 515 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

dl−ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.5016$

W_S：ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品の秤取量（mg）

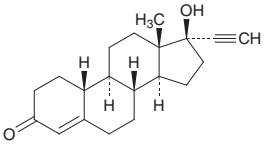
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ノルエチステロン

Norethisterone



$C_{20}H_{26}O_2$：298.42

17−Hydroxy−19−nor−17α−pregn−4−en−20−yn−3−one

［*68−22−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルエチステロン（$C_{20}H_{26}O_2$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95）又はテトラヒドロフランにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は赤褐色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色で，黄褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品 25 mg に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をメタノール 25 mL に溶かした液 3.5 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 5 時間加熱する．冷後，水 15 mL を加え，生じた沈殿をろ取する．残留物を水 1 ～ 2 mL で洗った後，メタノールから再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 5 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 112 ～ 118 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−23 ～ −27 °（乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，200 mm）．

融　点〈*2.60*〉　203 ～ 209 ℃

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし，硝酸銀溶液（1 → 20）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 29.84 mg $C_{20}H_{26}O_2$

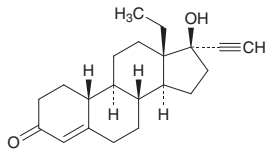
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ノルゲストレル

Norgestrel



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

13-Ethyl-17-hydroxy-18,19-dinor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-one ［*6533-00-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はテトラヒドロフラン又はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する．

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

融　点〈*2.60*〉　206 ～ 212 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 30 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし，硝酸銀溶液（1 → 20）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 31.25 mg $C_{21}H_{28}O_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠

Norgestrel and Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$：312.45）及びエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$：296.40）を含む．

製　法　本品は「ノルゲストレル」及び「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ノルゲストレル」10 mg に対応する量をとり，クロロホルム 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 2 mL をとり，水酸化ナトリウム試液 6 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．クロロホルム層 1 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物をエタノール（95）2 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する（ノルゲストレル）．

（2）　（1）で得たろ液 1 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物にホウ酸・メタノール緩衝液 1 mL を加えて振り混ぜた後，氷冷する．この液に氷冷したジアゾ試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤だいだい色を呈する（エチニルエストラジオール）．

（3）　（1）で得たろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品 10 mg 及びエチニルエストラジオール標準品 1 mg をそれぞれクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により，試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/メタノール/水混液（368：32：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに *p*-トルエンスルホン酸一水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を均等に噴霧し，100 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたメタノール（7 → 10）2 mL を加え，内標準溶液 2 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径 0.2 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品及びエチニルエストラジオール標準品の表示量の 100 倍量を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 100)$

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

W_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量（mg）
W_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 50000）
試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
定量法のシステム適合性を準用する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．
本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 50 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 30 mL を正確に量り，カラム（55 ～ 105 μm の前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル 0.36 g を内径約 1 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れる．次に水 15 mL でカラムを洗い，メタノール 3 mL で溶出し，溶出液を約 40 ℃ の水浴中で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物に薄めたメタノール（7 → 10）2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約 25 mg 及びエチニルエストラジオール標準品約 2.5 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積 A_{Sa} 及び A_{Sb} を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / C_a) \times (9 / 5)$

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / C_b) \times (9 / 5)$

W_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量（mg）
W_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）
C_a：1 錠中のノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量（mg）
C_b：1 錠中のエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
定量法のシステム適合性を準用する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）4 mL を加え，内標準溶液 4 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜた後，この液を遠心分離する．上澄液を孔径 0.2 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約 50 mg 及びエチニルエストラジオール標準品約 5 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 50)$

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 50)$

W_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量（mg）
W_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 50000）
試験条件
検出器：ノルゲストレル　紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）
エチニルエストラジオール　蛍光光度計（励起波長：281 nm，蛍光波長：305 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：アセトニトリル/水混液（11：9）
流量：ノルゲストレルの保持時間が約 10 分になるよう

に調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，エチニルエストラジオール，ノルゲストレル，内標準物質の順に溶出し，ノルゲストレルと内標準物質の分離度は 8 以上である．

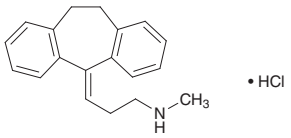
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエチニルエストラジオール及びノルゲストレルのピーク面積の比の相対標準偏差はいずれも 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ノルトリプチリン塩酸塩

Nortriptyline Hydrochloride

塩酸ノルトリプチリン



$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$：299.84

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride [*894-71-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルトリプチリン塩酸塩（$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は約 5.5 である．

融点：215 ～ 220 ℃

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に臭素試液 1 mL を加えるとき，試液の色は消える．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にキンヒドロンのメタノール溶液（1 → 40）1 ～ 2 滴を加えるとき，液は徐々に赤色を呈する．

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

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

（5）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～ごくうすい黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.50 g をとり，クロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/メタノール/ジエチルアミン混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）5 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.98 mg $C_{19}H_{21}N \cdot HCl$

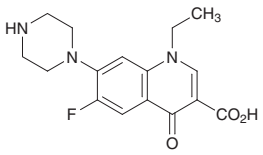
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ノルフロキサシン

Norfloxacin



$C_{16}H_{18}FN_3O_3$：319.33

1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydroquinoline-3-carboxylic acid ［*70458-96-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルフロキサシン（$C_{16}H_{18}FN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトンに溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）を加えて 100 mL にした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品をアセトンに溶かした後，減圧下でアセトンを蒸発し，残留物を乾燥する．乾燥した残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水 23 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，薄めた塩酸（1 → 3）を赤色が消えるまで徐々に加え，希塩酸 0.5 mL を加えた後，30 分間氷冷する．次にガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し，残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mLに 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，薄めた塩酸（1 → 3）を赤色が消えるまで加え，希塩酸 1.5 mL，ブロモフェノールブルー試液 1 ～ 2 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（15 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール/アセトン混液（1：1）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノール/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/トルエン/ジエチルアミン/水混液（20：20：10：7：4）を展開溶媒として約 9 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm 及び 366 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で，各スポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.93 mg $C_{16}H_{18}FN_3O_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

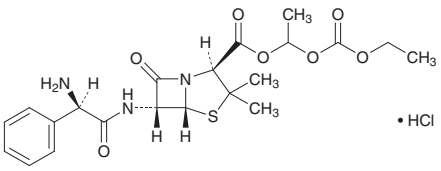
容 器 気密容器．

バカンピシリン塩酸塩

Bacampicillin Hydrochloride

塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル

塩酸バカンピシリン



$C_{21}H_{27}N_3O_7S \cdot HCl$：501.98

1-Ethoxycarbonyloxyethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*37661-08-8*]

本品はアンピシリンのエトキシカルボニルオキシエチルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 626 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+140 ～ +170°（脱水物に換算したもの 0.1 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 遊離アンピシリン 本品約 0.1 g を精密に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，氷冷した水 15 mL を正確に加えて溶かし，氷冷した pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後，氷冷したクロロホルム 25 mL を加えて振り混ぜる．クロロホルム層を除き，氷冷したクロロホルム 25 mL ずつで同様の操作を更に 2 回繰り返す．水層を遠心分離し，上澄液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約 20 mg に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL 及び水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 2 mL ずつを正確に加え，正確に 15 分間放置した後，それぞれの液に 1 mol/L 塩酸試液 2 mL，pH 4.6 の 0.3 mol/L フタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL をそれぞれ正確に加え，遮光して正確に 20 分間放置する．次に，それぞれの液を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の色が無色に変わるときとする．別に，試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 mL を正確に量り，pH 4.6 の 0.3 mol/L フタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL をそれぞれ正確に加え，同様の方法で空試験を行う．試料溶液及び標準溶液の 0.005 mol/L ヨウ素液の消費量（mL）をそれぞれ V_T 及び V_S とするとき，アンピシリンの量は 1.0 % 以下である．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (V_T / V_S) \times (1 / 20)$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量（mg）

水 分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びバカンピシリン塩酸塩標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバカンピシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：バカンピシリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

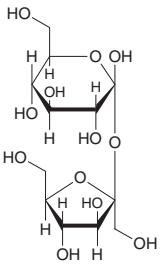
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた 2 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 100）500 mL に薄めた 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液（2 → 5）を加えて pH を 6.8 に調整する．この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える．
流量：バカンピシリンの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，バカンピシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，2 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バカンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

白糖

White Soft Sugar



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Fructofuranosyl α-D-glucopyranoside ［57-50-1］

性 状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験

（1） 本品 1 g を加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる．

（2） 本品 0.1 g に希硫酸 2 mL を加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びフェーリング試液 3 mL を加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+65.0 ～ +67.0 °（乾燥後，13 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 100 g を水 100 mL に溶かし，この液 50 mL をネスラー管にとり，白色の背景を用い側方から観察するとき，液は無色又はわずかに黄色で，青色を呈しない．更にこの液をネスラー管に充満し，密栓して 2 日間放置するとき，沈殿を生じない．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 10.0 g を水に溶かし 100 mL とし，試料溶液とする．この液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 % 以下）．

（4） カルシウム （2）の試料溶液 10 mL にシュウ酸アンモニウム試液 1 mL を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 転化糖 本品 5.0 g を水に溶かし 100 mL とし，必要ならばろ過して試料溶液とする．別にアルカリ性硫酸銅（Ⅱ）試液 100 mL を 300 mL のビーカーに入れ，時計皿でふたをして煮沸し，直ちに試料溶液 50.0 mL を加え，正確に 5 分間煮沸した後，直ちに新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，10 ℃ 以下の水浴中に 5 分間浸し，沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，ろ液が中性になるまで水で洗い，更にエタノール（95）10 mL 及びジエチルエーテル 10 mL で洗い，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その量は 0.120 g 以下である．

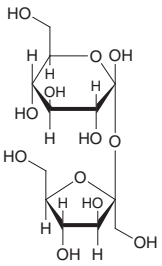
乾燥減量〈2.41〉 1.30 % 以下（15 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（2 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

精製白糖

Sucrose



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Fructofuranosyl α-D-glucopyranoside ［57-50-1］

本品は添加剤を含まない．

大容量輸液の調製に用いるものについてはその旨表示する．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末，又は光沢のある無色あるいは白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品及び白糖 10 mg ずつに薄めたメタノール（3 → 5）をそれぞれ加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液（a）とする．別にブドウ糖，乳糖水和物，果糖及び白糖 10 mg ずつに薄めたメタノール（3 → 5）を加えて 20 mL とし，標準溶液（b）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（a）及び（b）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，完全に乾燥させる．次に 1,2-ジクロロエタン/酢酸（100）/メタノール/水混液（10：5：3：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開し，薄層板を温風乾燥し，直ちに新しい展開溶媒で展開を繰り返した後，薄層板を温風乾燥する．これにチモール 0.5 g をエタノール（95）/硫酸混液（19：1）100 mL に溶かした液を均等に噴霧した後，130 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットは標準溶液（a）から得た主スポットと同様の位置，色及び大きさである．また標準溶液（b）から得た 4 つのスポットはそれぞれ明確に識別できる．

（2） 本品 50.0 g を新たに煮沸し冷却した水に溶かし 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL に水を加えて 100 mL とする．更にこの液 5 mL をとり，新たに調製した硫酸銅（Ⅱ）試液 0.15 mL 及び新たに調製した 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は青色澄明で，煮沸後も変わらない．この溶液に希塩酸 4 mL を加えて煮沸し，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 4 mL を加えるとき，直ちにだいだい色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+66.3 ～ +67.0 °（26 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 確認試験（2）の試料溶液は澄明である．またこの液の色は，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.6 mL を正確に量り，更に塩酸溶液（7 → 250）7.0 mL を加えた溶液 5.0 mL に塩酸溶液（7 → 250）95.0 mL を加えた液の色より濃くない．

（2） 酸又はアルカリ 確認試験（2）の試料溶液 10 mL にフェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき，液は無色で，この液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.3 mL を加えるとき，液は紅色を呈す．

（3） 亜硫酸塩 本品 5.0 g を水 40 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液 2.0 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に二亜硫酸ナトリウム 0.076 g を量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．直ちに試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに 3 mol/L 塩酸試液 1.0 mL，脱色フクシン試液 2.0 mL 及びホルムアルデヒド液試液 2.0 mL を加え，30 分間放置する．これらの液につき，水 10.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 583 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（SO_2 として 15 ppm 以下）．ただし，標準溶液が明らかに赤紫色～青紫色を呈さないとき，この試験は無効とする．

（4） 鉛 本品 50 mg を正確に量り，ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ，硝酸 0.5 mL を加えて溶かした後，密封し，150 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 5 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3 個以上をとり，原子吸光光度法（電気加熱方式）〈2.23〉の標準添加法により次の条件で試験を行う．ただし，標準溶液は鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて調製する．また硝酸 10.0

mL をとり，水を加えて正確に 100 mL とした溶液を用いて空試験を行い，補正する（0.5 ppm 以下）．

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

乾燥温度：110 ℃

灰化温度：600 ℃

原子化温度：2100 ℃

（5） 転化糖　確認試験（2）の試料溶液 5 mL を長さ約 150 mm，直径約 16 mm の試験管にとり，これに水 5 mL，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL 及びメチレンブルー試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で正確に 2 分間加温した後，水浴中から取り出し，直ちに観察するとき，液の青色は完全には消えない（0.04 %）．ただし，空気との接触面の青色は無視する．

電気伝導率

（i） 塩化カリウム標準液　塩化カリウムを粉末とし，500 ～ 600 ℃ で 4 時間乾燥し，新たに蒸留して製した（二酸化炭素を含まない）電気伝導率 2 $\mu S \cdot cm^{-1}$ 以下の水に溶かして 1000.0 g 中に塩化カリウムをそれぞれ 0.7455 g，0.0746 g 及び 0.0149 g を含む 3 種類の塩化カリウム標準液を調製する．これらの液の 20 ℃ における電気伝導率は次表のとおりである．

標準液の種類 (g/1000.0 g)	電気伝導率 ($\mu S \cdot cm^{-1}$)	抵抗率 (Ω·cm)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

（ii） 装置　電気伝導率計を用いる．電気伝導率の測定は，溶液に浸された測定器具（セル）の電極間の柱状体の電気抵抗を測定することによってなされる．この装置には電極の分極による影響を除去するための交流が供給される．また，通例，温度補償回路が組み入れられている．セルには，白金黒でコーティングされた二つの平行に置かれた白金電極が備わり，一般に両極は，溶液と電極間で電解質が容易に交換できるガラス管で保護されている．セル定数が 0.01 ～ 1 cm^{-1} のセルを用いる．

（iii） 操作法　塩化カリウム標準液は測定に適したものを調製して使用する．セルをよく水で洗い，次に塩化カリウム標準液で 2 ～ 3 回洗った後，塩化カリウム標準液をセルに満たす．塩化カリウム標準液を 20±0.1 ℃ に保ち，電気伝導度を測定する．これを繰り返し，測定値が ±3 % 以内で一致したときの電気伝導度 $G\chi_0$（μS）を求める．測定した値から次式によりセル定数 J を求める．

$$J = \frac{\chi_{KCl}}{G\chi_0}$$

J：セル定数（cm^{-1}）

χ_{KCl}：塩化カリウム標準液の電気伝導率（$\mu S \cdot cm^{-1}$）（20 ℃）

$G\chi_0$：測定した電気伝導度（μS）

本品 31.3 g を新たに蒸留して製した（二酸化炭素を含まない）水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．セルをよく水で洗い，次に試料溶液で 2 ～ 3 回洗った後，試料溶液をセルに満たす．マグネチックスターラーでゆるやかにかき混ぜながら，試料溶液を 20±0.1 ℃ に保ち，電気伝導度 G_T（μS）を測定する．同様に試料溶液の調製に用いた水の電気伝導度 G_0（μS）を測定し，次式によりそれぞれの電気伝導率 χ_T（$\mu S \cdot cm^{-1}$）及び χ_0（$\mu S \cdot cm^{-1}$）を求める．

χ_T（$\mu S \cdot cm^{-1}$）$= JG_T$

χ_0（$\mu S \cdot cm^{-1}$）$= JG_0$

次式により試料溶液の補正された電気伝導率 χ_C を求めるとき，χ_C は 35 $\mu S \cdot cm^{-1}$ 以下である．

χ_C（$\mu S \cdot cm^{-1}$）$= \chi_T - 0.35\ \chi_0$

乾燥減量 〈*2.41*〉　0.1 % 以下（2 g，105 ℃，3 時間）．

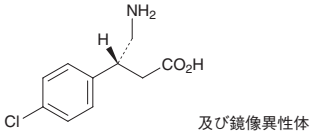
デキストリン　大容量輸液の調製に用いるものは，確認試験（2）の試料溶液 2 mL に水 8 mL，希塩酸 0.05 mL 及びヨウ素試液 0.05 mL を加えるとき，液の黄色は消えない．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.25 EU/mg 未満．ただし，大容量輸液の調製に用いるもの．

貯　法　容　器　密閉容器．

バクロフェン

Baclofen



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_2$：213.66

(3*RS*)−4−Amino−3−(4−chlorophenyl)butanoic acid

［*1134−47−0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバクロフェン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉 を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 塩化物 〈*1.03*〉　本品 0.5 g を酢酸（100）50 mL に

溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に酢酸（100）5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.21 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1.0 mL 及び 1.5 mL を正確に量り，それぞれ移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）及び（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク高さを測定するとき，試料溶液のバクロフェン以外のピークの各々のピーク高さは，標準溶液（1）のバクロフェンのピーク高さより大きくない．また，それらのピーク高さの合計は，標準溶液（2）のバクロフェンのピーク高さより大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 900）混液（3：2）

流量：バクロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバクロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液（1）25 μL から得たバクロフェンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

システムの性能：本品 0.40 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 5 mg を移動相 200 mL に溶かす．この液 10 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，バクロフェン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液（1）25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バクロフェンのピーク高さの相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.37 mg $C_{10}H_{12}ClNO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

バクロフェン錠
Baclofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するバクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$：213.66）を含む．

製 法 本品は「バクロフェン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」0.01 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，以下「バクロフェン」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」25 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm，264 ～ 268 nm 及び 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．

（3） 本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」0.01 g に対応する量をとり，メタノール/酢酸（100）混液（4：1）2 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にバクロフェン標準品 0.01 g をメタノール/酢酸（100）混液（4：1）2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 500 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にバクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品（別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 220 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 50$

W_S：バクロフェン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のバクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 130 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品（別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・塩化スズ（Ⅱ）試液 4 mL を加えて振り混ぜた後，水浴上で 20 分間加熱し，直ちに 2 分間激しく振り混ぜる．冷後，それぞれに水/1-プロパノール混液（1：1）を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 570 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：脱水物に換算したバクロフェン標準品の秤取量(mg)

貯 法 容 器 密閉容器.

バシトラシン
Bacitracin

［*1405-87-4*］

本品は，*Bacillus subtilis* 又は *Bacillus licheniformis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するバシトラシン A を主成分とするペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 60 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，バシトラシン A（$C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$：1422.69）としての量を単位で示し，その 1 単位はバシトラシン A（$C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$）23.8 μg に対応する．

性 状 本品は白色～淡褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）3 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 3 mL を加え，液が赤桃色～赤紫色になるまで振り混ぜた後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）数滴を加え，振り混ぜるとき，液は，緑色～暗緑色を呈する．

（2） 本品及びバシトラシン標準品 60 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/酢酸（100）/水/ピリジン/エタノール（99.5）混液（30：15：10：6：5）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，風乾する．これに，ニンヒドリン試液を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.15 g を 0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 2 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，波長 252 nm 及び 290 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき，A_2/A_1 は 0.20 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 10240 を用いる．

（ⅱ） 培地 培地（1）の 3）のⅲを用いる．

（ⅲ） 標準溶液 バシトラシン標準品約 400 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 10 ℃ 以下に保存し，2 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ） 試料溶液 本品約 400 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器.

乾燥破傷風ウマ抗毒素
Freeze-dried Tetanus Antitoxin, Equine
乾燥破傷風抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中の破傷風抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥破傷風ウマ抗毒素の条に適合する．

性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又は

わずかに白濁した液となる．

沈降破傷風トキソイド
Adsorbed Tetanus Toxoid

本品は破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得られた破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降破傷風トキソイドの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

バソプレシン注射液
Vasopressin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は健康なウシ又はブタなどの脳下垂体後葉から大部分の子宮収縮成分のオキシトシンを除いて得た血圧上昇成分のバソプレシン又は合成によって得たバソプレシンを含む．

本品は定量するとき，表示されたバソプレシン単位の 85 ～ 120 % を含む．

製　法　本品は脳下垂体後葉から得たバソプレシン部分又は合成によって得たバソプレシンをとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

pH：3.0 ～ 4.0

純度試験　子宮収縮成分　本品は次の方法により試験を行うとき，子宮収縮成分の量は，定量された 10 バソプレシン単位につき，0.6 オキシトシン単位以下である．

（ｉ）　標準原液　オキシトシン標準品の表示単位に従い，その 200 単位につき，薄めた酢酸（100）（1 → 400）10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）を加えて正確に 10 mL とする．この液は凍結を避け，冷所に保存し，調製後 6 箇月以内に使用する．

（ii）　標準溶液　標準原液に生理食塩液を加えて，その 1 mL 中に 0.020 オキシトシン単位を含むように薄める．

（iii）　試料溶液　本品の定量されたバソプレシン単位の 6/100 の単位を求め，オキシトシン単位と仮定する．本品に生理食塩液を加えて，その 1 mL 中に仮定した 0.020 オキシトシン単位を含むように薄める．

（iv）　装置　摘出子宮収縮実験用装置を用いるが，精密な温度調節器を用い，浴温を 37 ～ 38 ℃ の間の一定温度に保ち，試験中はこの温度が 0.1 ℃ 以上の差がないようにする．また，100 mL のマグナス容器を用いて子宮を懸垂する．

（v）　試験動物　体重 175 ～ 350 g の発情期でない健康な処女モルモットを用いる．ただし，幼時から雄を見ないように分けて飼育し，更に雄の体臭をも感じさせないようにする．

（vi）　操作法　マグナス容器は一定温度に保った恒温槽に浸し，ロック・リンゲル試液を入れ，酸素を適当に通じておく．モルモットの頭を打って殺し，直ちに子宮を摘出し，マグナス容器に懸垂し，子宮角の一端を糸でヘーベルに連結する．必要ならば，ヘーベルに加重し，この質量は試験中変えない．15 ～ 30 分後，子宮が十分に伸びきったとき，試験を始める．標準溶液及び試料溶液のそれぞれ 0.1 ～ 0.5 mL の等容量を交互に 10 ～ 20 分間の一定時間をおいて 2 回マグナス容器に加え，最後に別に標準溶液の 25 % 増量した容量を加え，子宮を収縮させ，その収縮の高さを測定する．

標準溶液による子宮収縮の高さの平均は，試料溶液による子宮収縮の高さの平均に等しいか，又はそれより大きい．また，最後の増量した標準溶液による子宮収縮の高さは，前の標準溶液による子宮収縮の高さより明らかに大きい．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（ｉ）　試験動物　体重 200 ～ 300 g の健康な雄のシロネズミを用いる．

（ii）　標準原液　バソプレシン標準品の表示単位に従い，その 2000 単位につき，薄めた酢酸（100）（1 → 400）100 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）を加えて正確に 10 mL とする．この液は凍結を避け，冷所に保存し，調製後 6 箇月以内に使用する．

（iii）　標準溶液　標準原液に生理食塩液を加えて薄める．その薄め方は（vi）の操作法に従って，薄めた液 0.2 mL を試験動物に注射するとき，試験動物の血圧を 35 ～ 60 mmHg 上昇するように調節し，これを高用量標準溶液 S_H とする．更にこの液に生理食塩液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に薄め，低用量標準溶液 S_L とする．

（iv）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，高用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように生理食塩液を加えて薄め，これを高用量試料溶液 T_H とする．更にこの液に生理食塩液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に薄め，低用量試料溶液 T_L とする．ただし，S_H と S_L との濃度比は T_H と T_L との濃度比に等しくする．反応が変化したときは，次の 1 組の試験の初めに S_H と T_H の濃度を調節する．この場合 S_H と S_L 及び T_H と T_L との濃度比は初めの比と等しくする．

（v）　注射量　通例，0.2 mL で，予試験又は経験に基づいて定めるが，その注射量は 1 組の試験を通じて等容量とする．

（vi）　操作法　試験動物に，その体重 100 g につき，カルバミン酸エチル溶液（1 → 4）0.7 mL を皮下注射して麻酔し，気管にカニューレを挿入し，人工呼吸（呼吸数：毎分約 60）を行い，第二頸椎骨の一部を除き，脊髄を切断し，大後頭孔を経て脳髄を破壊する．股静脈にあらかじめ生理食塩液を満たしたカニューレを挿入する．体重 100 g につき，ヘパリンナトリウム 200 ヘパリン単位に生理食塩液 0.1 mL を加えて溶かした液をこのカニューレを経て注射し，直ちに生理食塩液 0.3 mL で流し込む．次に頸動脈にカニューレを挿入し，ビニール管を用いて血圧マノメーターに連結する．あらかじめ，動脈カニューレ及びビニール管には生理食塩液を満たしておく．注射後，上昇した血圧が注射前の基線に戻るように 10 ～ 15 分間の一定時間をおいて，標準溶

液及び試料溶液をカニューレを経て静脈に注射し，キモグラムの血圧の上昇値を 1 mmHg まで測定する．ただし，試験温度は 20 ～ 25 ℃ とする．また，注射順位は S_H，S_L，T_H 及び T_L を用いて次に示す 4 対を作り，各対中においては示された順序とし，各対の順位は無作為とする．

第 1 対 S_H，T_L　　第 2 対 S_L，T_H
第 3 対 T_H，S_L　　第 4 対 T_L，S_H

この試験は同じ試験動物を用いて 4 対をもって 1 組の試験とし，通例，2 組で行う．ただし，各組については異なった試験動物を使用してもよい．

(vii)　計算法　各組の第 1 対，第 2 対，第 3 対及び第 4 対における高用量及び低用量の起こした血圧上昇の差をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各組における y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ合計して Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×(高用量標準溶液 1 mL 中の単位数)
×(b / a)

$$M = (IY_a / Y_b)$$

$$I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$$
$$Y_a = -Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4$$
$$Y_b = Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4$$

a：試料の採取量（mL）
b：試料の採取量からこれを生理食塩液で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.15 以下である．もし，この値を超えるときは，この値以下になるまで試験の組数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

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

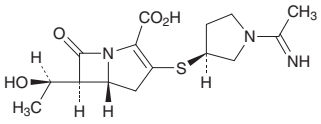
$$C = \{Y_b^2 / (Y_b^2 - 4 f_S^2 t^2)\}$$

f：組の数
$$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y / f) - (Y' / 4) + (Y_b^2 / 4f)\} / n$$
Σy^2：各組の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値
$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$
Y'：1 組における y_1，y_2，y_3 及び y_4 の和を 2 乗し，各組のこの数を合計した値
$$n = 3(f - 1)$$
t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．
有効期限　製造後 36 箇月．

パニペネム
Panipenem



$C_{15}H_{21}N_3O_4S$・339.41
(5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-Hydroxyethyl]-3-[(3*S*)-1-(1-iminoethyl)pyrrolidin-3-ylsulfanyl]-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid
[*87726-17-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物 1 mg 当たり 900 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，パニペネム（$C_{15}H_{21}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

(1)　本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 1 mL を加え，3 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

(2)　本品の pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す．

(3)　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1760 cm^{-1}，

1676 cm^{-1}，1632 cm^{-1}，1588 cm^{-1}，1384 cm^{-1} 及び 1249 cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（298 nm）：280 ～ 310（脱水及び脱溶媒物に換算したもの 50 mg，pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，2500 mL）．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+55 ～ +65°（脱水及び脱溶媒物に換算したもの 0.1 g，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 別に規定する．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 残留溶媒〈2.46〉 本品約 0.2 g を精密に量り，20 mL の細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液 2 mL 及び水 2 mL を正確に加えて溶かし，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，試料溶液とする．別に，エタノール（99.5）15 mL 及びアセトン 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 20 mL とする．それぞれの液 2 mL を正確に量り，20 mL の細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液 2 mL を正確に加え，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）を一定の室温に保った水浴中で穏やかに振り混ぜた後，30 分間放置する．それぞれの容器内の気体 1 mL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb}，標準溶液（1）の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比 Q_{Sa1} 及び Q_{Sb1}，並びに標準溶液（2）の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比 Q_{Sa2} 及び Q_{Sb2} を求める．次式により，エタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ 5.0 % 以下及び 1.0 % 以下である．

エタノールの量（%）

$$= 15 \times 0.79 \times \{(Q_{Ta} + Q_{Sa2} - 2\ Q_{Sa1}) / 2(Q_{Sa2} - Q_{Sa1})\} \times (1 / 1000) \times (100 / W)$$

W：本品の秤取量（g）

アセトンの量（%）

$$= 3 \times 0.79 \times \{(Q_{Tb} + Q_{Sb2} - 2\ Q_{Sb1}) / 2(Q_{Sb2} - Q_{Sb1})\} \times (1 / 1000) \times (100 / W)$$

W：本品の秤取量（g）

0.79：エタノール（99.5）及びアセトンの密度（g/mL）

内標準溶液 1-プロパノール溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 1 mm，長さ 40 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを固定したもの．

カラム温度：140 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：1-プロパノールの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液（2）の気体 1 mL につき，上記の条件で操作するとき，エタノール，アセトン，内標準物質の順に流出し，エタノールとアセトンの分離度は 4 以上である．

システムの再現性：6 個の標準溶液（2）の気体 1 mL ずつにつき，上記の条件で試験を繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

（4） 類縁物質 別に規定する．

水 分 本品約 0.5 g を精密に量り，15 mL の細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，試料溶液とする．別に，水 2 g を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL 及び 10 mL を正確に量り，それぞれに内標準溶液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する水のピーク面積の比 Q_T，Q_{S1} 及び Q_{S2} を求める．次式により，水の量を求めるとき，5.0 % 以下である．

水分（%）

$$= (W_S / W_T) \times \{(Q_T + Q_{S2} - 2\ Q_{S1}) / 2(Q_{S2} - Q_{S1})\} \times (1 / 100) \times 100$$

W_S：水の秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 アセトニトリルのメタノール溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：125 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：アセトニトリルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で操作するとき，水，メタノール，内標準物質の順に流出し，水と内標準物質の分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピ

ーク面積に対する水のピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.15 EU/mg（力価）未満．

定 量 法　本品及びパニペネム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により調製後 30 分以内に試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパニペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

パニペネム（$C_{15}H_{21}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：パニペネム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*p*-スチレンスルホン酸ナトリウムの pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸緩衝液溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 8.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液/アセトニトリル混液（50：1）

流量：内標準物質の保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パニペネム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するパニペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

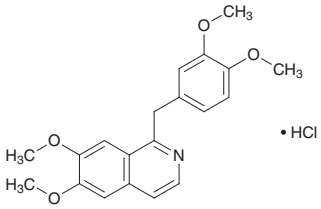
保存条件　−10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

パパベリン塩酸塩

Papaverine Hydrochloride

塩酸パパベリン



$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl：375.85

6,7-Dimethoxy-1-(3,4-dimethoxybenzyl)isoquinoline monohydrochloride ［*61-25-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，パパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

確認試験

（1）　本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 滴を加えるとき，液は無色～淡黄緑色を呈し，徐々に濃赤色を経て褐色に変わる．

（2）　本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし，酢酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品 1 mg に無水酢酸 3 mL 及び硫酸 5 滴を加えて溶かし，水浴中で 1 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．

（4）　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，水 5 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 145 ～ 148 ℃ である．

（5）　本品の水溶液（1 → 50）にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　モルヒネ　本品 10 mg を水 1 mL に溶かし，1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL 及び硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（3）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.12 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 S 又は P より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 37.59 mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

パパベリン塩酸塩注射液

Papaverine Hydrochloride Injection

塩酸パパベリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するパパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl：375.85）を含む．

製　法　本品は「パパベリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 5.0

確認試験

（1）　本品 1 mL に酢酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品の表示量に従い「パパベリン塩酸塩」0.1 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，水 5 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 145 ～ 148 ℃ である．

（3）　（2）で得た残留物 1 mg ずつをとり，以下「パパベリン塩酸塩」の確認試験（1）及び（3）を準用する．

（4）　本品 2 mL にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のパパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて 10 mL とした後，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，クロロホルム 20 mL，15 mL，10 mL 及び 10 mL で抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水 10 mL で洗い，洗液は更にクロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去する．残留物を酢酸（100）30 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.79 mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

乾燥はぶウマ抗毒素

Freeze-dried Habu Antivenom, Equine

乾燥はぶ抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のはぶ抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥はぶウマ抗毒素の条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

沈降はぶトキソイド

Adsorbed Habu-venom Toxoid

本品はハブ（Trimeresurus flavoviridis）の産する毒性物質をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得られたはぶトキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

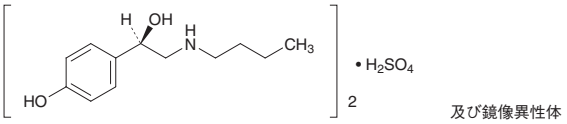
本品は生物学的製剤基準の沈降はぶトキソイドの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

バメタン硫酸塩

Bamethan Sulfate

硫酸バメタン



及び鏡像異性体

$(C_{12}H_{19}NO_2)_2$・H_2SO_4：516.65

(1*RS*)-2-Butylamino-1-(4-hydroxyphenyl)ethanol hemisulfate ［*5716-20-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，バメタン硫酸塩〔$(C_{12}H_{19}NO_2)_2$・H_2SO_4〕99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 169 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 1000）1 mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液（1 → 2000）5 mL 及び pH 9.2 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を加えるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度

の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1618 cm^{-1}，1597 cm^{-1}，1518 cm^{-1}，1118 cm^{-1} 及び 833 cm^{-1}，付近に吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 O 1.5 mL に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて 200 mL とする．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 3.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.002 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により，試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い，クロロホルム/メタノール混液（7：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，15 分間風乾した後，更に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧し，1 分後亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）を均等に噴霧し，直ちにガラスプレートを薄層板の上に置く．30 分後この薄層板を観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.75 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 51.67 mg $(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

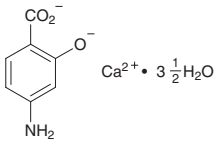
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物

Calcium Para-aminosalicylate Hydrate

パスカルシウム

パスカルシウム水和物

パラアミノサリチル酸カルシウム



$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：254.25

Monocalcium（4-amino-2-oxidobenzoate）hemiheptahydrate［*133-15-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パラアミノサリチル酸カルシウム（$C_7H_5CaNO_3$：191.20）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状 本品は白色又はわずかに着色した粉末で，味はわずかに苦い．

本品は水に極めて溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に褐色になる．

確認試験

（1） 本品 50 mg に水 100 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

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

（3） 本品 3 g に塩化アンモニウム試液 15 mL 及び水 15 mL を加えて水浴上でほとんど溶けるまで加熱する．冷後，ろ過するとき，ろ液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（2）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g を希硝酸 15 mL 及び水に溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.025 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4） 3-アミノフェノール 本品 0.10 g に氷水中で冷却した 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 5 mL を加え，激しく振り混ぜて溶かし，直ちに氷水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜる．次に硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン試液 2 mL を加えて振り混ぜ，シクロヘキサン 10.0 mL 及び薄めたヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウ

ム試液（1 → 10）4 mL を加え，直ちに 20 秒間振り混ぜる．この液を遠心分離してシクロヘキサン層を分取し，薄めたアンモニア試液（1 → 14）5 mL ずつで 2 回洗い，無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，澄明なシクロヘキサン層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：3-アミノフェノール 50 mg に水を加えて溶かし，正確に 500 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5.0 mL をとり，氷水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜ，以下，同様に操作する．

水　分〈*2.48*〉　23.3 ～ 26.3 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，水 60 mL 及び希塩酸 0.75 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 30 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 25 mL を加え，次に臭化カリウム溶液（1 → 4）20 mL を加え，更に酢酸（100）/塩酸混液（5：2）14 mL を速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜ 10 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 6 mL を注意して加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜ，5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 3.187 mg $C_7H_5CaNO_3$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒

Calcium Para-aminosalicylate Granules
パスカルシウム顆粒

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するパラアミノサリチル酸カルシウム水和物（$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：254.25）を含む．

製　法　本品は「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」50 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

粒　度〈*6.03*〉　試験を行うとき，適合する．

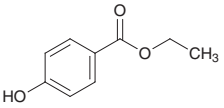
定 量 法　本品を粉末とし，パラアミノサリチル酸カルシウム水和物（$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$）約 0.2 g に対応する量を精密に量り，水 60 mL 及び希塩酸 0.75 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．ろ液 30 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下，「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 4.238 mg $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

パラオキシ安息香酸エチル

Ethyl Parahydroxybenzoate



$C_9H_{10}O_3$：166.17
Ethyl 4-hydroxybenzoate ［*120-47-8*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸エチル（$C_9H_{10}O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．◆

確認試験

（1）　本品の融点〈*2.60*〉は 115 ～ 118 ℃ である．

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

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2）　酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/

酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

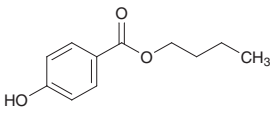
定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定 〈*2.50*〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 166.2 mg $C_9H_{10}O_3$

◆**貯 法 容 器** 密閉容器.◆

パラオキシ安息香酸ブチル

Butyl Parahydroxybenzoate



$C_{11}H_{14}O_3$：194.23

Butyl 4-hydroxybenzoate ［*94-26-8*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸ブチル（$C_{11}H_{14}O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆**性 状** 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない.◆

確認試験

（1） 本品の融点 〈*2.60*〉 は 68 ～ 71 ℃ である．

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

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 酸 本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）.◆

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

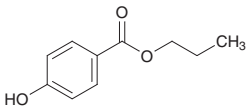
定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定 〈*2.50*〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$

◆**貯 法 容 器** 密閉容器.◆

パラオキシ安息香酸プロピル

Propyl Parahydroxybenzoate



$C_{10}H_{12}O_3$：180.20

Propyl 4-hydroxybenzoate ［*94-13-3*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸プロピル（$C_{10}H_{12}O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆**性 状** 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい.◆

確認試験

（1） 本品の融点 〈*2.60*〉 は 96 ～ 99 ℃ である．

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

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

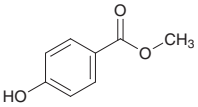
定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 180.2 mg $C_{10}H_{12}O_3$

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器．◆

パラオキシ安息香酸メチル

Methyl Parahydroxybenzoate



$C_8H_8O_3$：152.15

Methyl 4-hydroxybenzoate ［*98-76-3*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸メチル（$C_8H_8O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい．◆

確認試験

（1） 本品の融点〈*2.60*〉は 125 ～ 128 ℃ である．

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

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 152.1 mg $C_8H_8O_3$

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器．◆

パラフィン

Paraffin

本品は石油から得た固形の炭化水素類の混合物である．

性　状　本品は無色又は白色のやや透明な結晶性の塊で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水，エタノール（95）又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

比重　d_{20}^{20}：約 0.92〔油脂試験法〈*1.13*〉の比重（2）を準用

する〕.

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する．

（2） 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する．

融　点〈*2.60*〉 50 ～ 75 ℃（第 2 法）.

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品 10.0 g に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，水浴中で 5 分間加熱した後，激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450 ～ 550 ℃ で灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（4） イオウ化合物　本品 4.0 g にエタノール（99.5）2 mL を加え，これに水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら 70 ℃ で 10 分間加熱するとき，水層は暗褐色を呈しない．

（5） 硫酸呈色物　本品 5.0 g をネスラー管にとり，融点付近で融解し，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加えて，70 ℃ の水浴中で 5 分間加温後取り出す．次に直ちに 3 秒間激しく上下に振り，70 ℃ の水浴中で，1 分間加温する操作を 5 回繰り返すとき，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL，硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.50 mL 及び流動パラフィン 5 mL を加え激しく振り混ぜる．

貯　法　容　　器　密閉容器.

流動パラフィン

Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である．

本品には安定剤として適当な型のトコフェロール 0.001 % 以下を加えることができる．

性　状　本品は無色で，ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

沸点：300 ℃ 以上.

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する．

（2） 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する．

比　重〈*2.56*〉 d_{20}^{20}：0.860 ～ 0.890

粘　度〈*2.53*〉 37 mm²/s 以上（第 1 法，37.8 ℃）.

純度試験

（1） においの　本品を小ビーカーにとり，水浴上で加熱するとき，異臭を発しない．

（2） 酸又はアルカリ　本品 10 mL に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450 ～ 550 ℃ で灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）.

（5） 固形パラフィン　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その 50 mL をネスラー管にとり，氷水中で 4 時間冷却するとき，混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，5 分間放置する．

（6） イオウ化合物　本品 4.0 mL にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら，70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗褐色を呈しない．

（7） 多環芳香族炭化水素　本品 25 mL を 25 mL のメスシリンダーにとり，100 mL の分液漏斗に移し，メスシリンダーを吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL で洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，よく振り混ぜる．これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，15 分間放置する．下層を 50 mL の分液漏斗に移し，吸収スペクトル用ヘキサン 2 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を試料溶液とする．別に吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL を 50 mL の分液漏斗にとり，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により直ちに試験を行うとき，波長 260 ～ 350 nm における試料溶液の吸光度は 0.10 以下である．

（8） 硫酸呈色物　本品 5 mL をネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱した後，取り出し，直ちに 5 秒間激しく上下に振り混ぜる．この操

作を引き続き 4 回繰り返すとき，流動パラフィン層は変色しない．また，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.50 mL を加えて振り混ぜる．

貯　法　容　　器　気密容器．

軽質流動パラフィン
Light Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である．

本品は安定剤として適当な型のトコフェロール 0.001 % 以下を加えることができる．

性　状　本品は無色で，ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，水又はエタノール (95) にほとんど溶けない．

沸点：300 ℃ 以上．

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する．

（2） 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.830 ～ 0.870

粘　度〈*2.53*〉　37 mm^2/s 未満（第 1 法，37.8 ℃）．

純度試験

（1） におい　本品を小ビーカーにとり，水浴上で加熱するとき，異臭を発しない．

（2） 酸又はアルカリ　本品 10 mL に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450 ～ 550 ℃ で灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 固形パラフィン　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その 50 mL をネスラー管にとり，氷水中で 4 時間冷却するとき，混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，5 分間放置する．

（6） イオウ化合物　本品 4.0 mL にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら，70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗褐色を呈しない．

（7） 多環芳香族炭化水素　本品 25 mL を 25 mL のメスシリンダーにとり，100 mL の分液漏斗に移し，メスシリンダーを吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL で洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，よく振り混ぜる．これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，15 分間放置する．下層を 50 mL の分液漏斗に移し，吸収スペクトル用ヘキサン 2 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を試料溶液とする．別に吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL を 50 mL の分液漏斗にとり，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により直ちに試験を行うとき，波長 260 ～ 350 nm における試料溶液の吸光度は 0.10 以下である．

（8） 硫酸呈色物　本品 5 mL をネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱した後，取り出し，直ちに 5 秒間激しく上下に振り混ぜる．この操作を引き続き 4 回繰り返すとき，流動パラフィン層は変色しない．また，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.50 mL を加えて振り混ぜる．

貯　法　容　　器　気密容器．

パラホルムアルデヒド
Paraformaldehyde

$(CH_2O)_n$

Poly(oxymethylene)　［*30525-89-4*］

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド（CH_2O：30.03）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，わずかにホルムアルデヒド臭があり，加熱するとき，強い刺激性のにおいを発する．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は熱湯，熱希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は約 100 ℃ で昇華する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし，硝酸銀試液 5 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）3 mL を加えるとき，直ちに器壁に銀鏡を生じる．

（2） 本品 0.02 g にサリチル酸 0.04 g を硫酸 5 mL に溶かした液を加え，徐々に加温するとき，液は持続する暗赤色を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g をアンモニア試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 液性　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて 1 分間激し

く振り混ぜ，ろ過するとき，液は中性である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 1.5 g に水 75 mL 及び炭酸ナトリウム試液 7.5 mL を加えて溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約 500 ℃ に強熱する．残留物を水 15 mL に溶かし，必要ならばろ過し，薄めた硝酸（3 → 10）を加えて中性とし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に炭酸ナトリウム試液 7.5 mL，中性とするのに要した量の薄めた硝酸（3 → 10），希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.006 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.5 g に水 45 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4.5 mL を加えて溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約 500 ℃ に強熱する．残留物を水 15 mL に溶かし，必要ならばろ過し，薄めた塩酸（3 → 5）を加えて中性とし，5 分間煮沸する．冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は炭酸ナトリウム試液 4.5 mL に中性とするのに要した量の薄めた塩酸（3 → 5）及び水 15 mL を加えて 5 分間煮沸し，冷後，0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 50 mg を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水酸化カリウム試液 10 mL に溶かし，水 40 mL 及び正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を加えて密栓し，5 分間放置する．次に希塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し，15 分間放置した後，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.501 mg CH_2O

貯 法 容 器 気密容器．

歯科用パラホルムパスタ

Dental Paraformaldehyde Paste

製 法

パラホルムアルデヒド，細末	35 g
プロカイン塩酸塩，細末	35 g
加水ラノリン	適 量
全 量	100 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は帯黄白色で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品 0.15 g にジエチルエーテル 20 mL 及び 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，水を加えて 100 mL とする．この液 1 mL にアセチルアセトン試液 10 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱するとき，液は黄色を呈する（パラホルムアルデヒド）．

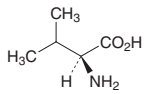
（2） （1）のジエチルエーテル層に希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取する．この液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する（プロカイン塩酸塩）．

（3） 本品 0.15 g にジエチルエーテル 25 mL 及び水 25 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸プロカイン 0.01 g を水 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（50：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

貯 法 容 器 気密容器．

L-バリン

L-Valine



$C_5H_{11}NO_2$：117.15

(2*S*)-2-Amino-3-methylbutanoic acid ［*72-18-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-バリン（$C_5H_{11}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘いが，後に苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

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

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+26.5 ～ +29.0 °（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

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

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

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

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 類縁物質 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

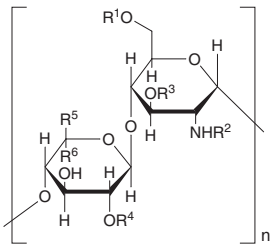
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.72 mg $C_5H_{11}NO_2$

貯 法 容 器 気密容器．

パルナパリンナトリウム

Parnaparin Sodium



R^1, R^3, R^4 = SO_3Na 又は H

R^2 = SO_3Na 又は 

R^5 = CO_2Na, R^6 = H

又は

R^5 = H, R^6 = CO_2Na

n = 4 - 21

本品は健康なブタの腸粘膜から得たヘパリンナトリウムを過酸化水素及び酢酸第二銅を用いて分解して得た低分子ヘパリンナトリウムで，質量平均分子量は 4500 ～ 6500 である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり，抗第 Xa 因子活性 70 ～ 95 低分子量ヘパリン単位を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）0.1 mL を，トルイジンブルー O 溶液（1 → 100000）10 mL に加えて振り混ぜるとき，液の色は青色から，直ちに紫色に変わる．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 8.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

分 子 量 本品は次の方法により分子量を測定するとき，質量平均分子量は 4500 ～ 6500 である．

（i） 検量線の作成 低分子量ヘパリン標準品 20 mg を移動相 2.0 mL に溶かし，標準溶液とする．標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．紫外吸光光度計から得たクロマトグラムにおけるピークの高さを H_{UV}，示差屈折計から得たクロマトグラムにおけるピークの高さを H_{RI} とし，対応する各ピークの吸光度に対する示差屈折強度の比 H_{RI}/H_{UV} を求める．紫外吸光光度計から得たクロマトグラムにおける低分子量側から 4 番目のピークの分子量を 2400 とし，この値をそのピークの H_{RI}/H_{UV} で除し，得られた値を標準化係数とする．標準化係数を各ピークの H_{RI}/H_{UV} に乗じ，得られた値をそれぞれのピークの分子量とする．各ピークの分子量の対数と，示差屈折計から得られたクロマトグラムにおけるピーク保持時間との関係から検量線を作成する．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：234 nm）及び示差屈折計

カラム：内径 7.5 mm，長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんしたものを 2 本連結する．ただし，1 本は排除限界分子量が約 500000 のものを，1 本は排除限界分子量が約 100000 のものを用い，ポンプ，排除限界分子量約 500000 のカラム，排除限界分子量約 100000 のカラム，紫外吸光光度計，示差屈折計の順に接続する．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水硫酸ナトリウム 28.4 g を水 1000 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸試液で pH 5.0 に調整する．

流量：毎分 0.5 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，紫外吸光光度計及び示差屈折計から得られたクロマトグラムにおいて，それぞれ 10 個以上のピークが認められるものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，低分子量側から 4 番目のピークの高さ（H_{UV} 及び H_{RI}）の標準偏差は 3.0

% 以下である．

（ii） 分子量の測定　本品 20 mg を移動相 2.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．保持時間 30 ～ 45 分の間に認められる主ピークにつき，ピークの出始めから終わりまでを 30 秒間隔で分割し，各画分の示差屈折強度を求める．次に各画分の分子量を，あらかじめ作成した検量線を用いて計算する．各画分の示差屈折強度及び分子量から，ピーク全体の質量平均分子量を次式により求める．

質量平均分子量 $= \Sigma(n_i \cdot M_i) / \Sigma n_j$

n_i：主ピークの i 番目の画分の示差屈折強度
M_i：主ピークの i 番目の画分の分子量
Σn_j：主ピークの分子量 1500 ～ 10000 の画分の示差屈折強度の合計

試験条件
検出器：示差屈折計
カラム，カラム温度，移動相及び流量は（i）検量線の作成の試験条件を準用する．
システム適合性
（i）検量線の作成のシステム適合性を準用する．

分子量分布　本品は，分子量の項の方法により分子量を測定し，次式により分子量分布を求めるとき，全分子の 80 % 以上が分子量 1500 ～ 10000 である．

分子量分布（%）$= (\Sigma n_j / \Sigma n_i) \times 100$

Σn_i：主ピークの i 番目の画分の示差屈折強度
Σn_j：主ピークの分子量 1500 ～ 10000 の画分の示差屈折強度の合計

硫酸エステル化の度合　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，強塩基性イオン交換樹脂 5 mL で処理した後，強酸性イオン交換樹脂 10 mL で処理する．この液に水を加えて 50 mL とした後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．得られた当量点から次式により硫酸エステル化の度合を求めるとき，2.0 ～ 2.4 である．

硫酸エステル化の度合
= 第一当量点（mL）/［第二当量点（mL）
　− 第一当量点（mL）］

総 窒 素　本品を乾燥し，その約 0.10 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 1.9 ～ 2.3 % である．

抗第 IIa 因子活性　本品は次の方法により抗第 IIa 因子活性を測定するとき，換算した乾燥物に対し，1 mg 中 35 ～ 60 低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）を含む．

（i） 標準溶液　低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 0.1，0.2 及び 0.3 低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）を含むように調製する．

（ii） 試料溶液　本品約 50 mg を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 4 μg を含むように調製する．

（iii） 操作法　プラスチック製試験管に，試料溶液及び標準溶液を別々に 0.10 mL ずつ入れ，更にそれぞれにヒト正常血漿 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，37±1℃ に正確に 1 分間保つ．次にそれぞれの試験管に，あらかじめ 37±1℃ に保った活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，37±1℃ に正確に 5 分間保つ．その後それぞれの試験管に，あらかじめ 37±1℃ に保った塩化カルシウム溶液（277 → 100000）0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，同時に秒時計を動かし，37±1℃ に保ち，フィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する．

（iv） 計算法　それぞれの標準溶液から得た液の凝固時間から作成した検量線を用いて，試料溶液の低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）数を求め，次式により 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）数を求める．

本品 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位
（抗第IIa 因子活性）数
= 試料溶液 1 mL 中の低分子量ヘパリン単位
　（抗第 IIa 因子活性）数 ×（b / a）

a：本品の秤取量（mg）
b：試料溶液を調製したときの全容量（mL）

抗第 Xa 因子活性・抗第 IIa 因子活性比　定量法で得た抗第 Xa 因子活性を，抗第 IIa 因子活性で得た抗第 IIa 因子活性で除し，抗第 Xa 因子活性・抗第 IIa 因子活性比を求めるとき 1.5 ～ 2.5 である．

定 量 法

（i） 標準溶液　低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 0.4，0.6 及び 0.8 低分子量ヘパリン単位（抗第 Xa 因子活性）を含むように調製する．

（ii） 試料溶液　本品約 50 mg を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 7 μg を含むように調製する．

（iii） 操作法　プラスチック製試験管に，試料溶液及び標準溶液を別々に 0.10 mL ずつ入れ，更にそれぞれに pH 8.4 のトリス緩衝液 0.70 mL，アンチトロンビンIII溶液 0.10 mL 及びヒト正常血漿 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合わせる．別のプラスチック製試験管に，これらの液を別々に 0.20 mL ずつ入れ，37±1℃ に正確に 3 分間保つ．次にそれぞれの試験管に，第 Xa 因子試液 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，37±1℃ に正確に 30 秒間保った後，直ちに発色性合成基質溶液（3 → 4000）0.20 mL ずつを加え，混ぜ合わせ，更に 37±1℃ に正確に 3 分間保つ．その後それぞれの試験管に薄めた酢酸（100）（1 → 2）0.30 mL ずつを加えて反応を停止させる．別にプラスチック製試験管に生理食塩液 0.10 mL をとり，pH 8.4 のトリス緩衝液 0.70 mL，アンチトロンビンIII試液 0.10 mL 及びヒト正常血漿 0.10 mL を加え，混ぜ合わせる．別のプラスチック製試験管に，この液 0.20 mL をとり，水 0.30 mL 及び薄めた酢酸（100）（1 → 2）0.30 mL を加え，混ぜ合わせる．この液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 405 nm における吸光度を測定する．

（iv） 計算法　それぞれの標準溶液から得た液の吸光度と濃度の対数から作成した検量線を用いて，試料溶液の低分子量ヘパリン単位（抗第 Xa 因子活性）数を求め，次式に従

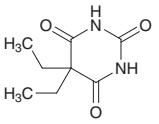
って 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位（抗第 Xa 因子活性）数を計算する．

本品 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位
(抗第 Xa 因子活性)数
= 試料溶液 1 mL 中の低分子量ヘパリン単位
（抗第 Xa 因子活性）数 × (b / a)

a：本品の秤取量（mg）
b：試料溶液を調製したときの全容量（mL）

貯 法 容 器 密封容器．

バルビタール
Barbital



$C_8H_{12}N_2O_3$：184.19
5,5-Diethylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione
[*57-44-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，バルビタール（$C_8H_{12}N_2O_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく，エタノール (95) にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はクロロホルムに溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.05 g を薄めたピリジン（1 → 10）5 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，赤紫色の沈殿を生じる．また，これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色を呈する．別に本品 0.05 g をとり，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ～ 3 滴及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えるとき，水層に赤紫色の沈殿を生じ，この沈殿は振り混ぜるとき，クロロホルムに溶けない．

（3） 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ，4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール（95）7 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，1 時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い，エタノール（95）/クロロホルム混液（1：1）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 192 ～ 196 ℃ である．

融 点〈*2.60*〉 189 ～ 192 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

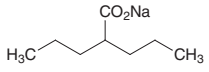
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，エタノール（95）5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 18.42 mg $C_8H_{12}N_2O_3$

貯 法 容 器 密閉容器．

バルプロ酸ナトリウム
Sodium Valproate



$C_8H_{15}NaO_2$：166.19
Monosodium 2-propylpentanoate ［*1069-66-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，バルプロ酸ナトリウム（$C_8H_{15}NaO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，ギ酸，エタノール（95），エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200）1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び

N,*N*′−ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に 20 分間放置する．冷後，過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に硝酸コバルト（Ⅱ）六水和物溶液（1 → 20）1 mL を加え，水浴上で加温するとき，紫色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，クロロホルム 5 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜる．静置後，クロロホルム層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水し，ろ過する．ろ液の溶媒を留去し，残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 8.5 である．

純度試験

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

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をエタノール（95）25 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL にエタノール（95）25 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.050 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をエタノール（95）25 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にエタノール（95）25 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし，希塩酸 6 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 10 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.10 g をギ酸/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ギ酸/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：145 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：バルプロ酸の保持時間が 6 ～ 10 分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液 1 mL と *n*−吉草酸のギ酸/クロロホルム混液（1：1）溶液（1 → 1000）4 mL を混和する．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，*n*−吉草酸，バルプロ酸の順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たバルプロ酸のピーク高さが 4 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルプロ酸の保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.62 mg $C_8H_{15}NaO_2$

貯法 容器 気密容器．

バレイショデンプン

Potato Starch

AMYLUM SOLANI

バレイショ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はジャガイモ *Solanum tuberosum* Linné（*Solanaceae*）の塊茎から得たでんぷんである．

◆性 状 本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水/グリセリン混液（1：1）を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき，通例，直径 30 ～ 100 μm，しばしば 100 μm 以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は 10 ～ 35 μm の大きさの円形の粒を認める．まれに，2 ～ 4 個の粒からなる複粒を認める．卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり，円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある．すべての粒子は顕著な層紋を認める．交叉した偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） （2）ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液（1 →

10）0.05 mL を加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH 〈2.54〉　本品 5.0 g を非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え，穏やかに 1 分間かき混ぜ，懸濁液とした後，15 分間静置したときの pH は 5.0 ～ 8.0 である．

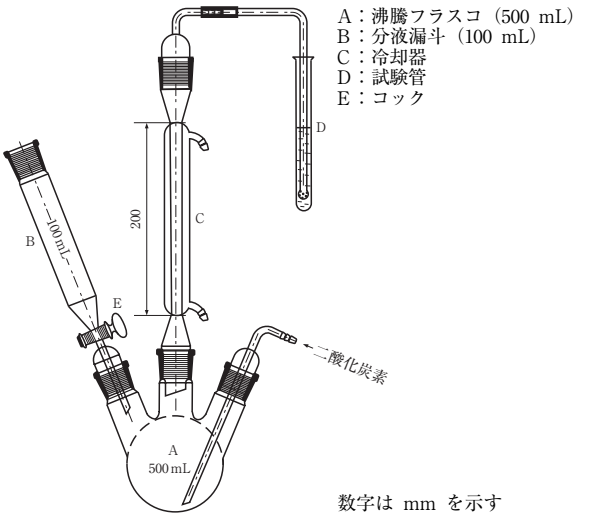
純度試験

（1）　鉄　本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液 2.0 mL をとり，水を加えて 20 mL とし，比較液とする．検液及び比較液 10 mL を試験管にとり，クエン酸溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水（28）を加えた後，水を加えて 20 mL とし，混和する．これらの液 10 mL を試験管にとり，5 分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（2）　酸化性物質　本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．澄明な上澄液 30.0 mL に酢酸（100）1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え，振り混ぜた後，暗所に 25 ～ 30 分間静置する．デンプン試液 1 mL を加え，0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4 mL 以下である（過酸化水素に換算すると，20 ppm 以下）．

（3）　二酸化イオウ

（i）　装置　図に示すものを用いる．



（ii）　操作法　水 150 mL を沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分 100±5 mL の流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える．15 分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約 25 g を精密に量り，水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を 1 時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で 15 分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50 ppm 以下である．

二酸化イオウの量（ppm）＝（V / W）× 1000 × 3.203

W：本品の秤取量（g）
V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

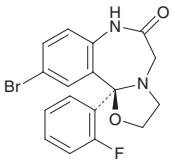
乾燥減量 〈2.41〉　20.0 % 以下（1 g，130 ℃，90 分間）．

強熱残分 〈2.44〉　0.6 % 以下（1 g）．

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器.◆

ハロキサゾラム

Haloxazolam



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$：377.21

(11b*RS*)-10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one　[*59128-97-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ハロキサゾラム（$C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 183 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をメタノール 10 mL に溶かし，塩酸 1 滴を加えた後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液の蛍光は直ちに消える．

（2）　本品 0.05 g をとり，希水酸化ナトリウム試液 20 mL 及び過酸化水素（30）1 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は臭化物及びフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，

本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（247 nm）：390 ～ 410（10 mg，メタノール，1000 mL）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をエタノール（99.5）20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 可溶性ハロゲン化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈1.03〉を準用する．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を加える．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を分解フラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない（2 ppm 以下）．

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし，以下検液の試験と同様に操作する．

（5）類縁物質 本品 0.10 g をアセトニトリル 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のハロキサゾラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ホウ酸 6.2 g 及び塩化カリウム 7.5 g を水 900 mL に溶かし，トリエチルアミンで pH を 8.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：ハロキサゾラムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロキサゾラムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たハロキサゾラムのピーク面積が，標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びクロキサゾラム 10 mg ずつをアセトニトリル 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロキサゾラム，クロキサゾラムの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ハロキサゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.72 mg $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ハロタン

Halothane



及び鏡像異性体

$C_2HBrClF_3$：197.38

(2*RS*)−2−Bromo−2−chloro−1,1,1−trifluoroethane ［*151−67−7*］

本品は安定剤として「チモール」0.008 ～ 0.012 % を含む．

性状 本品は無色澄明の流動しやすい液である．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又はイソオクタンと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は揮発性で，引火性はなく，加熱したガスに点火しても燃えない．

本品は光によって変化する．

屈折率 n_D^{20}：1.369 ～ 1.371

確認試験 本品約 3 μL を 10 cm の長さの光路を持つ気体セルにとり，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の気体試料測定法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.872 ～ 1.877

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 60 mL に新たに煮沸して冷却

した水 60 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の色は赤紫色である．また，試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.6 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） ハロゲン化物及びハロゲン （1）の試料溶液 5 mL に硝酸 1 滴及び硝酸銀試液 0.20 mL を加えるとき，液は濁らない．また，（1）試料溶液 10 mL にヨウ化カリウム試液 1 mL 及びデンプン試液 2 滴を加え 5 分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（3） ホスゲン 本品 50 mL を 300 mL の乾燥した三角フラスコにとり，栓をし，ホスゲン紙を栓から垂直に下げ，下端を液面上 10 mm の高さに保ち，暗所に 20 ～ 24 時間放置するとき，試験紙は黄変しない．

（4） 蒸発残留物 本品 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（5） 揮発性類縁物質 本品 100 mL をとり，内標準物質 5.0 μL を正確に加え，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ハロタン及び内標準物質以外のピークの合計面積は内標準物質のピーク面積より大きくない．

内標準物質 1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエタン

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ 3 m の管の注入口側 2 m にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 400 を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 30 % の割合で被覆したものを充てんし，残りの 1 m にはフタル酸ジノニルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 30 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が 2 ～ 3 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 3 mL と内標準物質 1 mL を混和する．この液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ハロタンの順に流出し，その分離度が 10 以上のものを用いる．

検出感度：試料溶液 5 μL から得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの 30 ～ 70 % になるように調整する．

面積測定範囲：ハロタンの保持時間の約 3 倍の範囲

蒸留試験〈2.57〉 49 ～ 51 ℃ において，1 ℃ の範囲で 95 vol % 以上留出する．

チモール量 本品 0.50 mL にイソオクタン 5.0 mL 及び酸化チタン（Ⅳ）試液 5.0 mL を加え，30 秒間激しく振り混ぜ，放置するとき，上層の液の色の濃さは次の比較液 A より濃く，比較液 B より濃くない．

比較液：定量用チモール 0.225 g をイソオクタンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液各 10 mL をそれぞれ正確に量り，イソオクタンを加えて正確に 150 mL 及び 100 mL とする．これらの液それぞれ 0.50 mL につき，本品と同様に操作し，上層の液を比較液 A 及び B とする．

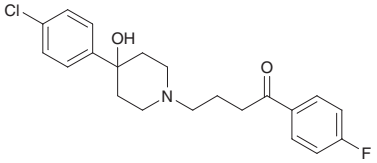
貯 法

保存条件 遮光して，30 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

ハロペリドール

Haloperidol



$C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86

4-[4-(4-Chlorophenyl)-4-hydroxypiperidin-1-yl]-1-(4-fluorophenyl)butan-1-one ［*52-86-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，2-プロパノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 30 mg を 2-プロパノール 100 mL に溶かす．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び 2-プロパノールを加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融 点〈2.60〉 149 ～ 153 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 25 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマ

トグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のハロペリドール以外のピークの面積は，標準溶液のハロペリドールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のハロペリドール以外のピークの合計面積は，標準溶液のハロペリドールのピーク面積の 2 倍より大きくない．ただし，ハロペリドールに対する相対保持時間約 0.5 のピークの面積，相対保持時間約 1.2 のピークの面積及び相対保持時間約 2.6 のピークの面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 0.75，1.47 及び 0.76 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95 g を水 900 mL に溶かし，希塩酸を加えて pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にメタノール 700 mL を加え，更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を加えて溶かす．

流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロペリドールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 μL から得たハロペリドールのピーク面積が，標準溶液のハロペリドールの面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ハロペリドールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，酸化リン（V），3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 37.59 mg $C_{21}H_{23}ClFNO_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ハロペリドール錠
Haloperidol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86）を含む．

製法 本品は「ハロペリドール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ハロペリドール」6 mg に対応する量をとり，2-プロパノール 70 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する．冷後，2-プロパノールを加えて 100 mL とした後，遠心分離し，上澄液 5 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び 2-プロパノールを加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 219 ～ 223 nm 及び 243 ～ 247 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，移動相 5 mL を加え，超音波処理を行い，粒子を小さく分散させた後，移動相 30 mL を加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら 30 分間抽出し，更に 30 分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）約 0.3 mg に対応する量の上澄液 V mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / V) \times (3 / 4)$

W_S：定量用ハロペリドールの秤取量（mg）

内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液（1 → 6700）

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶出性 別に規定する．

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉

末とする．ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）約 10 mg に対応する量を精密に量り，水 10 mL を加え，超音波処理を行い，粒子を小さく分散させた後，内標準溶液 20 mL を正確に加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら 30 分間抽出し，移動相を加えて 100 mL とする．更に 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃で 3 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (2 / 5)$

W_S：定量用ハロペリドールの秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液（1 → 2000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95 g を水 900 mL に溶かし，希塩酸を加え，pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 250 mL にメタノール 750 mL を加え，更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を加えて溶かす．
流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　剤皮を施していないものは遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

パンクレアチン
Pancreatin

本品は食用獣，主としてブタの膵臓から製したもので，でんぷん消化力，たん白消化力及び脂肪消化力がある酵素剤である．

本品は 1 g 当たり 2800 でんぷん糖化力単位以上，28000 たん白消化力単位以上及び 960 脂肪消化力単位以上を含む．

本品は通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末で，特異なにおいがある．

純度試験
（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．
（2）　脂肪　本品 1.0 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，時々振り混ぜ 30 分間抽出した後，ろ過し，ジエチルエーテル 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　4.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

強熱残分〈2.44〉　5 % 以下（1 g）．

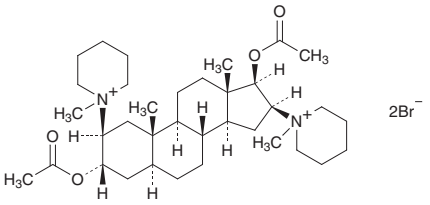
定 量 法
（1）　でんぷん消化力〈4.03〉
（i）　基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．ただし，pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL の代わりにパンクレアチン用リン酸塩緩衝液 10 mL を加える．
（ii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，氷冷した水を加えて正確に 100 mL とする．
（iii）　操作法　消化力試験法（1）でんぷん消化力試験法（i）でんぷん糖化力測定法により操作する．
（2）　たん白消化力〈4.03〉
（i）　基質溶液　消化力試験法（2）たん白消化力試験法の基質溶液 2 を用いる．ただし，pH は 8.5 に調整する．
（ii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，さらに氷冷した水を加えて正確に 200 mL とする．
（iii）　操作法　消化力試験法（2）たん白消化力試験法により操作する．ただし，沈殿試液はトリクロロ酢酸試液 B を用いる．
（3）　脂肪消化力〈4.03〉
（i）　乳化液　ポリビニルアルコールⅠ 18 g 及びポリビニルアルコールⅡ 2 g を量り，消化力試験法（3）脂肪消化力試験法により調製する．
（ii）　基質溶液　消化力試験法（3）脂肪消化力試験法に規定するものを用いる．
（iii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に 100 mL とする．
（iv）　操作法　消化力試験法（3）脂肪消化力試験法により操作する．ただし，緩衝液は pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を用いる．

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

パンクロニウム臭化物

Pancuronium Bromide

臭化パンクロニウム



$C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$：732.67

1,1′-(3α,17β-Diacetoxy-5α-androstan-2β,16β-diyl)bis(1-methylpiperidinium) dibromide ［*15500-66-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パンクロニウム臭化物（$C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

（2）本品の水溶液（1 → 100）は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉$[\alpha]_D^{20}$：+38 ～ +42°（脱水物に換算したもの 0.75 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品の水溶液（1 → 100）の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

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

（2）類縁物質　本品 50 mg をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム 5 mg を正確に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/アセトニトリル/ヨウ化ナトリウム溶液（1 → 5）混液（17：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに亜硝酸ナトリウムのメタノール溶液（1 → 100）を均等に噴霧し，2 分間放置した後，ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　8.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.63 mg $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$

貯　法

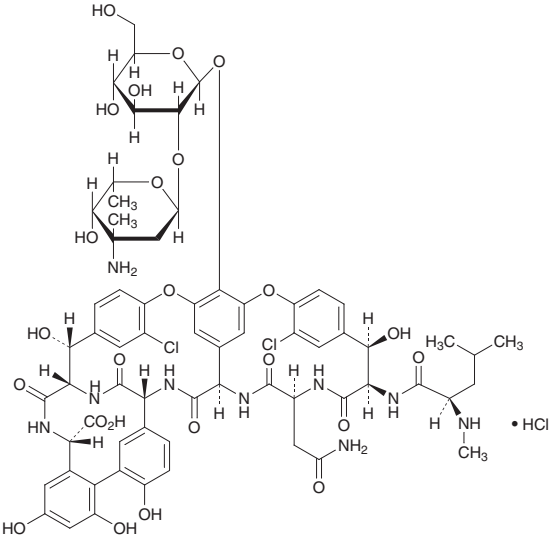
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

バンコマイシン塩酸塩

Vancomycin Hydrochloride

塩酸バンコマイシン



$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$・HCl：1485.71

(1*S*,2*R*,18*R*,19*R*,22*S*,25*R*,28*R*,40*S*)-50-[3-Amino-2,3,6-trideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*lyxo*-hexopyranosyl-(1→2)-β-D-glucopyranosyloxy]-22-carbamoylmethyl-5,15-dichloro-2,18,32,35,37-pentahydroxy-19-[(2*R*)-4-methyl-2-(methylamino)pentanoylamino]-20,23,26,42,44-pentaoxo-7,13-dioxa-21,24,27,41,43-pentaazaoctacyclo[26.14.2.2^{3,6}.2^{14,17}.1^{8,12}.1^{29,33}.0^{10,25}.0^{34,39}]pentaconta-3,5,8,10,12(50),14,16,29,31,33(49),34,36,38,45,47-pentadecaene-40-carboxylic acid monohydrochloride ［*1404-93-9*］

本品は，*Streptomyces orientalis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1000 ～ 1200 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，バンコマイシン（$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$：1449.25）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，

メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 20 mg をとり，水 10 mL に溶かした後，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−30 ～ −40°（脱水物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 2.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 A 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．必要ならば，移動相 A の 20 μL につき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバンコマイシンのピーク以外の各々のピーク面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のバンコマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：pH 3.2 のトリエチルアミン緩衝液/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液（92：7：1）．なお，バンコマイシンの保持時間が 7.5 ～ 10.5 分になるようにアセトニトリルの比率を調整する．

移動相 B：pH 3.2 のトリエチルアミン緩衝液/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液（70：29：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 12	100	0
12 ～ 20	100 → 0	0 → 100
20 ～ 22	0	100

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバンコマイシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 20 μL から得たバンコマイシンのピーク面積が，試料溶液のバンコマイシンのピーク面積の 3 ～ 5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg を水 10 mL に溶かし，65 ℃ で 48 時間加温した後，常温に冷却する．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，類縁物質 1，バンコマイシン及び類縁物質 2 の順に溶出し，類縁物質 1 とバンコマイシンの分離度は 3 以上で，バンコマイシンのピークの理論段数は 1500 段以上で，類縁物質 2 は 15 ～ 18 分に溶出する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，バンコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.2 ～ 6.4 とする．

（iii） 標準溶液 バンコマイシン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

注射用バンコマイシン塩酸塩

Vancomycin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸バンコマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するバンコマイシン（$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$：1449.25）を含む．

製　法　本品は「バンコマイシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」5 mg（力価）に対応する量を水 50 mL に溶かした液につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL に溶かした後，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 465 nm における吸光度は，0.05　以下である．

（2）　類縁物質　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.1 g（力価）に対応する量を移動相 A 10 mL に溶かし，試料溶液とする．以下「バンコマイシン塩酸塩」の純度試験（2）を準用する．

水　分〈2.48〉　5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.25 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

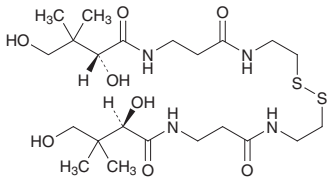
（i）　試験菌，培地及び標準溶液は，「バンコマイシン塩酸塩」の定量法を準用する．

（ii）　試料溶液　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　**容　　器**　密封容器．

パンテチン

Pantethine



$C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$：554.72

Bis(2-{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoylamino}ethyl) disulfide

[*16816-67-4*]

本品はパンテチン 80 % を含む水溶液である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パンテチン（$C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の粘性の液である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）と混和する．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1）　本品 0.7 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品 0.7 g に水 3 mL を加えて振り混ぜた後，亜鉛粉末 0.1 g 及び酢酸（100）2 mL を加えて 2 ～ 3 分間煮沸する．冷後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品 1.0 g に水 500 mL を加えて振り混ぜる．この液 5 mL に 1 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，塩酸ヒドロキシアンモニウムの水酸化ナトリウム試液溶液（3 → 140）7 mL を加え，5 分間放置する．次に 2,4-ジニトロフェノール試液 3 滴を加え，1 mol/L 塩酸試液を液が無色となるまで滴加した後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+15.0 ～ +18.0°（脱水物に換算したもの 1 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.6 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和 2-ブタノンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に約 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　メルカプト化合物　本品 1.5 g に水 20 mL を加え

て振り混ぜ，アンモニア試液 1 滴及びペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

水　分〈*2.48*〉 18 ～ 22 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，水を加えて混和し，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 25 mL を加え，更に水 100 mL を加える．これに薄めた硫酸（1 → 5）5 mL を速やかに加え，直ちに密栓し，時々振り混ぜ 40 ～ 50 ℃ で 15 分間加温する．冷後，ヨウ化カリウム溶液（2 → 5）5 mL を注意して加え，直ちに密栓して振り混ぜた後，水 100 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 5.547 mg $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$

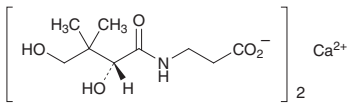
貯　法

保存条件　遮光して，10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

パントテン酸カルシウム

Calcium Pantothenate



$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$：476.53

Monocalcium bis{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate}　[*137-08-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，窒素（N：14.01）5.7 ～ 6.0 % 及びカルシウム（Ca：40.08）8.2 ～ 8.6 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 9.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，ろ過する．ろ液に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて 1 分間煮沸し，冷後，薄めた塩酸（1 → 10）を加えて液の pH を 3 ～ 4 とし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+25.0 ～ +28.5 °（乾燥後，1 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液は，無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） アルカロイド　本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，七モリブデン酸六アンモニウム試液 0.5 mL 及びリン酸溶液（1 → 10）0.5 mL を加えるとき，液は白色の混濁を生じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法

（1） 窒素　本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

（2） カルシウム　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 30 mL を加え加温して溶かし，冷後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，更に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加えた後，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．ただし，滴定の終点は液の青紫色が赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 2.004 mg Ca

貯　法　容　　器　気密容器．

沈降 B 型肝炎ワクチン

Adsorbed Hepatitis B Vaccine

本品は B 型肝炎ウイルスの表面抗原を含む液にアルミニウム塩を加えて B 型肝炎ウイルスの表面抗原を不溶性とした液状の注射剤である．

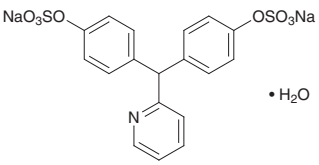
本品は生物学的製剤基準の沈降 B 型肝炎ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ピコスルファートナトリウム水和物

Sodium Picosulfate Hydrate

ピコスルファートナトリウム



$C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$：499.42

Disodium 4,4′-(pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl sulfate) monohydrate ［*10040-45-6*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピコスルファートナトリウム（$C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$：481.41）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光により徐々に着色する．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.4 ～ 9.4 である．

確認試験

（1）　本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を加えて混合し，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解する．冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.2 g に希塩酸 5 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を 105 ℃，減圧で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$（263 nm）：120 ～ 130（脱水物換算，4 mg，水，100 mL）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.40 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.042 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.25 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（74：20：19）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，酢酸（100）7 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 48.14 mg $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$

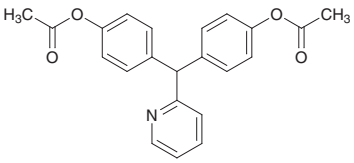
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ビサコジル

Bisacodyl



$C_{22}H_{19}NO_4$：361.39

4,4′-(Pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl acetate)

［*603-50-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ビサコジル（$C_{22}H_{19}NO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを又はビサコジル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したビサコジル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　132 ～ 136 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.012 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.017 % 以下）．

（3）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液（1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 36.14 mg $C_{22}H_{19}NO_4$

貯　法　容　器　密閉容器．

ビサコジル坐剤

Bisacodyl Suppositories

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するビサコジル（$C_{22}H_{19}NO_4$：361.39）を含む．

製　法　本品は「ビサコジル」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ビサコジル」6 mg に対応する量をとり，エタノール（95）20 mL を加え，水浴上で 10 分間加温した後，10 分間激しく振り混ぜ，更に氷水中で 1 時間放置する．次に遠心分離し，その上澄液を更にろ過し，そのろ液 2 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

（2）　（1）のろ液を試料溶液とする．別にビサコジル標準品 6 mg をエタノール（95）20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液（1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．ビサコジル（$C_{22}N_{19}NO_4$）約 10 mg に対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL を加え，40 ℃ に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とする．この液を 30 分間氷冷した後，遠心分離し，上澄液を孔径 0.5 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にビサコジル標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ビサコジル（$C_{22}N_{19}NO_4$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ビサコジル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル溶液（3 → 100000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.01 mol/L クエン酸試液/アセトニトリル/メタノール混液（2：1：1）

流量：ビサコジルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ビサコジルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器.

乾燥 BCG ワクチン
Freeze-dried BCG Vaccine （for Percutaneous Use）

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は生きたカルメット・ゲラン菌を含む.

本品は生物学的製剤基準の乾燥 BCG ワクチンの条に適合する.

性　状　本品は溶剤を加えるとき，白色～淡黄色の混濁した液となる.

ビタミン A 油
Vitamin A Oil

本品は合成のエステル型ビタミン A に植物油を加えて希釈したものである.

本品は 1 g につきビタミン A 30000 単位以上を含む.

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる.

本品は定量するとき表示単位の 90.0 ～ 120.0 % を含む.

性　状　本品は黄色～黄褐色の澄明又はわずかに混濁した油液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある.

本品は空気又は光によって分解する.

確認試験　本品，レチノール酢酸エステル標準品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ 15000 単位に相当する量をとり，それぞれを石油エーテル 5 mL に溶かし，試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液（12：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液（1）又は標準溶液（2）から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい.

純度試験

（1）　酸　本品 1.2 g に中和エタノール/ジエチルエーテル混液（1：1）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間穏やかに煮沸して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液 5 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は赤色である.

（2）　変敗　本品を加温するとき，不快な敗油性のにおいを発しない.

定 量 法　ビタミン A 定量法〈2.55〉の第 1 法 -1 により試験を行う.

貯　法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する.

容　　器　気密容器.

ビタミン A 油カプセル
Vitamin A Oil Capsules

ビタミン A カプセル

本品は定量するとき，表示されたビタミン A 単位の 90.0 ～ 130.0 % を含む.

製　法　本品は「ビタミン A 油」をとり，カプセル剤の製法により製する.

性　状　本品の内容物を取り出し，試験するとき，「ビタミン A 油」の性状に適合する.

確認試験　本品の内容物を取り出し，「ビタミン A 油」の確認試験を準用する.

定 量 法　本品 20 個をとり，その質量を精密に量り，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，カプセルを少量のジエチルエーテルでよく洗い，室温で放置してジエチルエーテルを除いた後，質量を精密に量る．カプセル内容物につき，ビタミン A 定量法〈2.55〉により試験を行い，本品 1 カプセル中のビタミン A 単位を求める．ただし，第 1 法 -1 を適用する場合，レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステルのうち，いずれのエステル型ビタミン A であるか確認しておく.

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　密閉容器.

複方ビタミン B 散
Compound Vitamin B Powder

製　法

チアミン硝化物	10 g
リボフラビン	10 g
ピリドキシン塩酸塩	10 g
ニコチン酸アミド	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する.

性　状　本品はだいだい黄色で，味はわずかに苦い.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品 2 g に水 100 mL を加えて振り混ぜてろ過する．ろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線下で観察するとき，2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にするとき，消え，アルカリ性に戻すとき，再び現れる（チアミン）.

（2）　本品 0.1 g に水 100 mL を加えて振り混ぜてろ過し，ろ液につき，次の試験を行う（リボフラビン）.

（ⅰ）　ろ液は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウ

ム試液を滴加するとき，消える．

（ii） ろ液 10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，20 ～ 40 ℃ で，10 ～ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後，酢酸（31）0.5 mL を加えて酸性とし，クロロホルム 5 mL を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品 1 g に薄めたエタノール（7 → 10）100 mL を加えて振り混ぜてろ過する．ろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び二酸化マンガン 40 mg を加え，水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液 1 mL に 2-プロパノール 5 mL を加えて試料溶液とする．この液 3 mL にバルビタール緩衝液 2 mL，2-プロパノール 4 mL 及び新たに製した 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（95）溶液（1 → 4000）2 mL を加えるとき，液は青色を呈する．また，試料溶液 1 mL にホウ酸飽和溶液 1 mL を加えた後，同様の操作を行うとき，液は青色を呈しない（ピリドキシン）．

（4） 本品 0.5 g をとり，エタノール（95）10 mL を加え，よく振り混ぜてろ過する．ろ液 1 mL を水浴上で蒸発乾固する．残留物に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を加え，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は赤色を呈する（ニコチン酸アミド）．

（5） 本品 1 g に薄めたエタノール（7 → 10）5 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸チアミン，リボフラビン，塩酸ピリドキシン及びニコチン酸アミド 0.01 g ずつをそれぞれ水 1 mL，50 mL，1 mL 及び 1 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）/酢酸（100）混液（100：50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た 4 個のスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい．

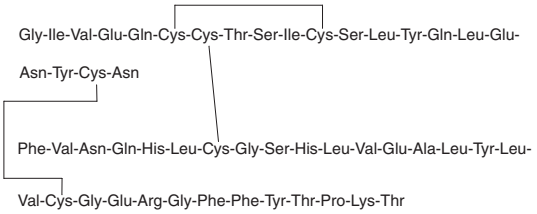
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ヒトインスリン（遺伝子組換え）

Insulin Human（Genetical Recombination）



$C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$：5807.57

［*11061-68-0*］

本品は遺伝子組換え技術を用いて製造されたもので，血糖を降下させる作用がある．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，1 mg 当たり 27.5 インスリン単位以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品適量を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，1 mL 中に 2.0 mg を含むように調製する．この液 500 μL を清浄な試験管にとり，pH 7.5 のヘペス緩衝液 2.0 mL 及び V 8 プロテアーゼ酵素試液 400 μL を加え，25 ℃ で 6 時間反応した後，硫酸アンモニウム緩衝液 2.9 mL を加えて反応を停止し，試料溶液とする．別にヒトインスリン標準品を同様の方法で操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られたクロマトグラムにつき，溶媒ピークの直後に溶出するピーク及びその後に順次溶出するこれより明らかにピーク高さの大きい 3 本のピークを比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：A 液－水/硫酸アンモニウム緩衝液/アセトニトリル混液（7：2：1）

B 液－水/アセトニトリル/硫酸アンモニウム緩衝液混液（2：2：1）

試料注入後 60 分間に A 液/B 液混液（9：1）から A 液/B 液混液（3：7）となるように直線的勾配で移動相 B 液の割合を増加させながら送液し，次の 5 分間で B 液 100 % となるように直線的勾配で B 液の割合を増加させ，更にその後 5 分間は B 液を送液する．

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，溶媒ピーク直後に溶出するピークの後に溶出する，これより大きな最初の二つのピークのシンメトリー係数はそれぞれ 1.5 以下であり，両者のピークの分離度は 3.4 以上である．

純度試験

（1） 類縁物質　本操作は，速やかに行う．本品 7.5 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．別に，0.01 mol/L 塩酸試液 20 μL につき，同様に試験を行い，溶媒由来のピークを確認する．試料溶液の各々のピーク面積を測定し，ヒトインスリンのピーク面積 A_I，ヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約 1.3 のデスアミド体のピーク面積 A_D 及び溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積 A_T を求めるとき，デスアミド体の量及びデスアミド体以外の類縁物質の量は，それぞれ 2.0 % 以下である．

デスアミド体の量（%）$= (A_D / A_T) \times 100$

デスアミド体以外の類縁物質の量（%）
$= \{ \{A_T - (A_I + A_D)\} / A_T \} \times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：A 液－pH 2.3 のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（41：9）

B 液－pH 2.3 のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（1：1）

試料注入前及び試料注入後 36 分間は A 液/B 液混液（78：22）を送液する．次の 25 分間は A 液/B 液混液（33：67）となるように B 液の割合を直線的勾配で増加しながら送液し，更に次の 6 分間は A 液/B 液混液（33：67）を送液する．次の 15 分間は A 液/B 液混液（78：22）を送液する．なお，ヒトインスリンの保持時間が約 25 分になるように試料注入前の A 液/B 液混液の混合比を調整する．

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：試料注入直後から約 75 分間の範囲

システム適合性

検出の確認：ヒトインスリンデスアミド体含有試液 20 μL から得たデスアミド体のピーク高さがフルスケールの 30 ～ 70 % になることを確認する．

システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒトインスリン，ヒトインスリンデスアミド体の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上で，ヒトインスリンのピークのシンメトリー係数は 1.8 以下である．

（2） 高分子たん白質　本品 4 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，この液 100 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．この液の各々のピーク面積を測定するとき，ヒトインスリンのピークよりも保持時間の小さいピークの合計面積は，全面積の 1.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：276 nm）

カラム：内径 7.5 mm，長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：L–アルギニン溶液（1 → 1000）/アセトニトリル/酢酸（100）混液（13：4：3）

流量：ヒトインスリンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：ヒトインスリンの単量体のピークまでの範囲

システム適合性

検出の確認：ヒトインスリン二量体含有試液 100 μL から得た二量体のピーク高さがフルスケールの 10 ～ 50 % になることを確認する．

システムの性能：ヒトインスリン二量体含有試液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，多量体，二量体，単量体の順に溶出し，二量体のピーク高さ H_1 及び二量体と単量体のピーク間の谷の高さ H_2 を測定するとき，H_1/H_2 が 2.0 以上である．

（3） その他の目的物質関連不純物　別に規定する．

（4） 工程由来不純物　別に規定する．

亜鉛含量　本品約 50 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とし，必要ならば，更に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて，1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.6 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.40 μg，0.80 μg，1.20 μg 及び 1.60 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛（Zn：65.41）を定量するとき，換算した乾燥物に対し 1.0 % 以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

乾燥減量〈2.41〉　10.0 % 以下（0.2 g，105 ℃，24 時間）．

エンドトキシン〈4.01〉　10 EU/mg 未満．

定 量 法　本操作は，速やかに行う．本品約 7.5 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別に，ヒトインスリン標準品適量を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，表示単位に従い 1 mL 中にヒトインスリン約 40 インスリン単位を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のヒトインスリンのピー

ク面積 A_{TI} 及びヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約 1.3 のデスアミド体のピーク面積 A_{TD}，並びに標準溶液のヒトインスリンのピーク面積 A_{SI} 及びデスアミド体のピーク面積 A_{SD} を測定する．

ヒトインスリン（$C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$）の量（インスリン単位/mg）
$= \{(W_S \times F) / D\} \times \{(A_{TI} + A_{TD}) / (A_{SI} + A_{SD})\} \times (5 / W_T)$

F：ヒトインスリン標準品の表示単位（インスリン単位/mg）
D：ヒトインスリン標準品の溶解に用いた 0.01 mol/L 塩酸試液の量（mL）
W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）
W_S：ヒトインスリン標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 2.3 のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（3：1）．なお，ヒトインスリンの保持時間が 10 ～ 17 分になるように移動相組成の混合比を調整する．
流量：毎分 1.0 mL
システム適合性
システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒトインスリン，デスアミド体の順に溶出し，その分離度が 2.0 以上で，ヒトインスリンのピークのシンメトリー係数が 1.8 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヒトインスリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.6 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して，−20 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

人全血液
Whole Human Blood

本品はヒト血液に血液保存液を混合して保存した液状の注射剤である．
本品は生物学的製剤基準の人全血液の条に適合する．

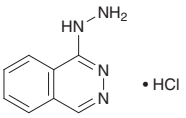
性　状　本品は濃赤色の液で，静置するとき，赤血球の沈層と黄色の液層とに分かれ，主として白血球からなる灰色の層が沈層の表面に見られることがある．液層は，脂肪により混濁することがあり，また，ヘモグロビンによる弱い着色を認めることがある．

人免疫グロブリン
Human Normal Immunoglobulin

本品はヒトの血清グロブリン中の免疫グロブリン G を含む液状の注射剤である．
本品は生物学的製剤基準の人免疫グロブリンの条に適合する．

性　状　本品は無色～黄褐色澄明の液である．

ヒドララジン塩酸塩
Hydralazine Hydrochloride
塩酸ヒドララジン



$C_8H_8N_4 \cdot HCl$：196.64
Phthalazin-1-ylhydrazine monohydrochloride ［*304-20-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4 \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．
本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
融点：約 275 ℃（分解）．

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），8 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，塩酸 25 mL を加えて室温に冷却する．これにクロロホルム 5 mL を加え，振

り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色が消えるまで滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　器　気密容器．

ヒドララジン塩酸塩散
Hydralazine Hydrochloride Powder
塩酸ヒドララジン散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl：196.64）を含む．

製　法　本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加え，よく振り混ぜ，必要ならばろ過する．ろ液 2 mL に水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 238 ～ 242 nm，258 ～ 262 nm，301 ～ 305 nm 及び 313 ～ 317 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本品のヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL を加えてよく振り混ぜ，更に塩酸 25 mL を加えて室温に冷却し，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　器　気密容器．

ヒドララジン塩酸塩錠
Hydralazine Hydrochloride Tablets
塩酸ヒドララジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl：196.64）を含む．

製　法　本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加え，よく振り混ぜ，必要ならばろ過する．ろ液 2 mL に水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 238 ～ 242 nm，258 ～ 262 nm，301 ～ 305 nm 及び 313 ～ 317 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）約 11 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ヒドララジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

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

W_S：定量用塩酸ヒドララジンの秤取量（mg）
C：1 錠中のヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　器　気密容器．

注射用ヒドララジン塩酸塩
Hydralazine Hydrochloride for Injection
注射用塩酸ヒドララジン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 99 ～ 113 % に対応するヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl：196.64）を含む．

製　法　本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～微黄色の粉末又は塊で，においはなく，味は苦い．

確認試験　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波 長 238～ 242 nm，258 ～ 262 nm，301 ～ 305 nm 及び 313 ～317 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約 0.15 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，塩酸 25 mL を加えて室温に冷却し，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する．

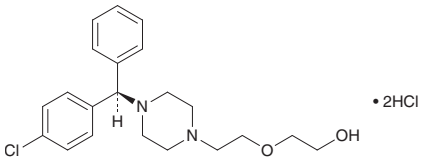
0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　器　密封容器．

ヒドロキシジン塩酸塩

Hydroxyzine Hydrochloride

塩酸ヒドロキシジン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl：447.83

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-yl}ethoxy)ethanol dihydrochloride ［*2192-20-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシジン塩酸塩（$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，青色の沈殿を生じる．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 1.3 ～ 2.5 である．

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（150：95：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

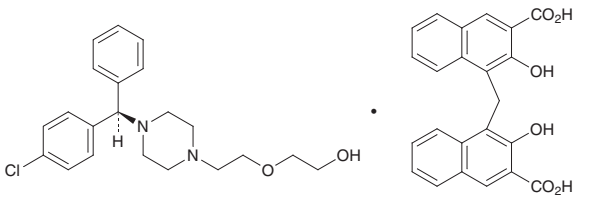
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.39 mg $C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl

貯 法 容 器　気密容器．

ヒドロキシジンパモ酸塩

Hydroxyzine Pamoate

パモ酸ヒドロキシジン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・$C_{23}H_{16}O_6$：763.27

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-yl}ethoxy)ethanol mono[4,4′-methylenebis(3-hydroxy-2-naphthoate)]（1/1）［*10246-75-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ヒドロキシジンパモ酸塩（$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・$C_{23}H_{16}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトンに溶けにくく，水，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて激しく振り混ぜた後，クロロホルム 20 mL で抽出し，クロロホルム層を試料溶液とする〔水層は（4）の試験に用いる〕．試料溶液 5 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2）　（1）の試料溶液 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，500 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（4）　（1）で得た水層 1 mL に 1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，メタノール 5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき，液はわずかに緑色を帯びた淡黄褐色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.3 g に希硝酸 6 mL 及び水 10 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過する．残留物は水 10 mL ずつで 2 回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL を加える（0.095 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.40 g を水酸化ナトリウム試液/アセトン混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/アンモニア試液混液（150：95：1）を展開溶媒として 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たヒドロキシジン及びパモ酸のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 3.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.6 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム 25 mL ずつで 6 回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g を置いた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で濃縮して約 30 mL にする．これに酢酸（100）30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 38.16 mg $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot C_{23}H_{16}O_6$

貯 法 容 器 気密容器．

ヒドロキシプロピルセルロース
Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースのヒドロキシプロピルエーテルである．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）53.4 ～ 77.5 % を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水又はエタノール（95）を加えるとき，粘稠性のある液となる．

確認試験

（1） 本品 1 g に水 100 mL を加え，70 ℃ の水浴中で 5 分間かき混ぜながら加熱した後，振り混ぜながら冷却する．更に均質な粘性の液になるまで室温で放置し，試料溶液とする．試料溶液 2 mL にアントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき，境界面は青色～緑色を呈する．

（2） （1）の試料溶液を水浴中で加熱するとき，白濁又は白色の沈殿を生じ，冷却するとき，白濁又は沈殿は消失する．

（3） 本品 1 g にエタノール（95）100 mL を加え，かき混ぜて放置するとき，均質な粘稠性のある液となる．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状 高さ 250 mm，内径 25 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを外管とし，高さ 300 mm，内径 15 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを内管とし，その外管に，本品 1.0 g を水 100 mL に加えてかき混ぜながら 70 ℃ の水浴中で加熱し，室温まで冷却した溶液を入れる．これを幅 1 mm，間隔 1 mm の 15 本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き，内管を上下して，その上部から観察し，線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する．この操作を 3 回繰り返して得た平均値は，次の比較液を用いて同様に操作して得た平均値より大きい．

比較液：0.005 mol/L 硫酸 5.50 mL に希塩酸 1 mL，エタノール（95）5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，これに塩化バリウム試液 2 mL を加えて混和し，10 分間放置した後，よく振り混ぜて用いる．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g を水 30 mL に加え，水浴中でかき混ぜながら 30 分間加熱した後，熱時ろ過する．残留物を熱湯 15 mL ずつで 3 回洗い，洗液はろ液に合わせ，冷後，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.142 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（ⅰ） 装置 分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で，底部の内側が円すい状となっており，外径 20 mm，首部までの高さが 50 mm，高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で，栓は耐熱性樹脂製，内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの．

加熱器：厚さ 60 ～ 80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので，ブロック内部の温度を ±1 ℃ の範囲で調節できる構造

を有するもの．

（ii） 操作法 本品を乾燥し，その約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，加熱器を用い 150 ℃ で 5 分ごとに振り混ぜながら，30 分間加熱し，更に 30 分間加熱を続ける．冷後，その質量を精密に量り，減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする．別にアジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，密栓し，その質量を精密に量り，定量用ヨウ化イソプロピル 50 μL を加え，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロキシプロポキシ基（$C_3H_7O_2$）の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 44.17$

W_S：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液（1 → 25）
操作条件
検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器．
カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素
流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯 法 **容 器** 密閉容器．

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース
Low Substituted Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースの低置換度ヒドロキシプロピルエーテルである．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）5.0 ～ 16.0 % を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）に溶け，粘稠性のある液となる．

本品に水，炭酸ナトリウム試液又は 2 mol/L 塩酸試液を加えるとき，膨潤する．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に水 2 mL を加え，振り混ぜて懸濁液とした後，アントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき，接界面は青色～青緑色を呈する．

（2） 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，かき混ぜて懸濁させた後，水酸化ナトリウム 1 g を加え，更にかき混ぜ，均質となった液を試料溶液とする．試料溶液 0.1 mL をとり，薄めた硫酸（9 → 10）9 mL を加え，よく振り混ぜ，水浴中で正確に 3 分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え，振り混ぜて 25 ℃ で放置するとき，液は初め紅色を呈し，100 分間以内に紫色に変わる．

（3） （2）の試料溶液 5 mL をとり，アセトン/メタノール混液（4：1）10 mL を加え，振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる．

pH 〈2.54〉 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加え，振り混ぜた液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g に熱湯 30 mL を加え，よくかき混ぜ，水浴上で 10 分間加熱した後，熱時傾斜して上澄液より順次ろ過し，残留物を熱湯 50 mL でよく洗い，洗液はろ液に合わせ，冷後，水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.355 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量 〈2.41〉 6.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 装置 分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で，底部の内側が円すい状となっており，外径 20 mm，首部までの高さが 50 mm，高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で，栓は耐熱性樹脂製，内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの．

加熱器：厚さ 60 ～ 80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので，ブロック内部の温度を ±1 ℃ の範囲で調節できる構造を有するもの．

（ii） 操作法 本品を乾燥し，その約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，加熱器を用い 150 ℃ で，5 分ごとに振り混ぜながら，30 分間加熱し，更に 30 分間加熱を続ける．冷後，その質量を精密に量り，減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする．別にアジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，密栓し，その質量を精密に量り，

定量用ヨウ化イソプロピル 15 μL を加え，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロキシプロポキシ基（$C_3H_7O_2$）の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 44.17$

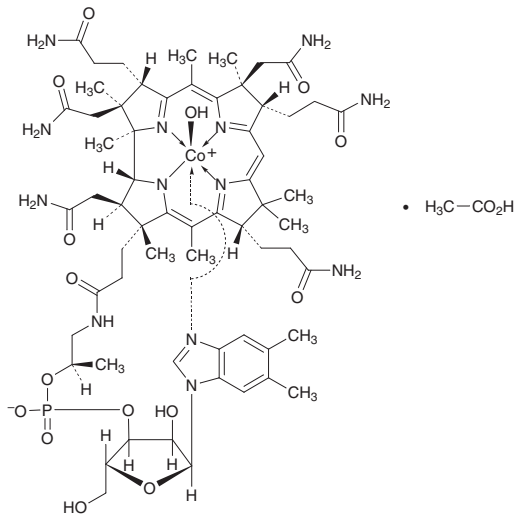
W_S：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*−オクタンの *o*−キシレン溶液（1 → 50）
操作条件
検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器．
カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素
流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

ヒドロキソコバラミン酢酸塩

Hydroxocobalamin Acetate
酢酸ヒドロキソコバラミン



$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$：1406.41
Coα−[*α*−(5,6−Dimethylbenz−1*H*−imidazol−1−yl)]−*Coβ*−hydroxocobamide monoacetate
［*13422−51−0*，ヒドロキソコバラミン］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロキソコバラミン酢酸塩（$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は暗赤色の結晶又は粉末で，においはない．
本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品は吸湿性である．

確認試験
（1）　本品の pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 3 mL を加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g，希酢酸 0.5 mL 及び 1−ニトロソ−2−ナフトール−3,6−ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 → 500）0.5 mL を加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸 0.5 mL を追加し，1 分間煮沸しても液の赤色は消えない．
（3）　本品 0.02 g にエタノール（99.5）0.5 mL 及び硫酸 1 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

純度試験　シアノコバラミン及び着色不純物　本品 50 mg ずつを 2 本の試験管にとり，それぞれに pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を正確に加えて溶かす．この液の一方にチオシアン酸カリウム試液 0.15 mL を加え，30 分間放置し，試料溶液（1）とする．他方にシアン化カリウム試液 0.10 mL を加え，30 分間放置し，試料溶液（2）

とする．別にシアノコバラミン標準品 3.0 mg をとり，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液（1），試料溶液（2）及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に，原線に沿って約 10 mm の間隔で，それぞれ長さ 25 mm にスポットする．次に水飽和 2-ブタノールを展開溶媒として，薄層板を水平面から約 15° の角度に傾斜させて 18 時間展開した後，風乾する．標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液（1）から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．また，試料溶液（2）から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　12 % 以下（50 mg，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），100 ℃，6 時間）．

定 量 法　本品約 20 mg を精密に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，50 mL のメスフラスコに入れ，シアン化カリウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，常温で 30 分間放置した後，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品（別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 361 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

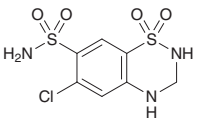
ヒドロキソコバラミン酢酸塩（$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0377$

W_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

ヒドロクロロチアジド

Hydrochlorothiazide



$C_7H_8ClN_3O_4S_2$：297.74
6-Chloro-3,4-dihydro-2*H*-1,2,4-benzothiadiazine-7-sulfonamide 1,1-dioxide ［*58-93-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロクロロチアジド（$C_7H_8ClN_3O_4S_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 267 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 5 mg にクロモトロープ酸試液 5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品 0.1 g に炭酸ナトリウム十水和物 0.5 g を混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 10 mL を加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液 4 mL に過酸化水素（30）2 滴，薄めた塩酸（1 → 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　（2）のろ液 4 mL に希硝酸 5 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（4）　本品 12 mg を水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒドロクロロチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.036 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　芳香族第一アミン　本品 80 mg をとり，アセトンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希塩酸 3.0 mL，水 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜた後，1 分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，3 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置する．この液につき，アセトン 1.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 525 nm における吸光度は 0.10 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びヒドロクロロチアジド標準品を乾燥し，その約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相 150 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，

移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロクロロチアジド（$C_7H_8ClN_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロクロロチアジド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンのアセトニトリル溶液（9 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（9：1）

流量：ヒドロクロロチアジドの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロクロロチアジド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

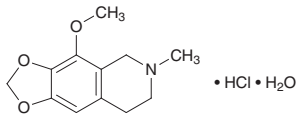
貯　法　容　　器　密閉容器．

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物

Hydrocotarnine Hydrochloride Hydrate

塩酸ヒドロコタルニン

ヒドロコタルニン塩酸塩



$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$：275.73

4-Methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinoline monohydrochloride monohydrate

[*5985-55-7*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコタルニン塩酸塩（$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$：257.71）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.17 以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（20：20：3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　7.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

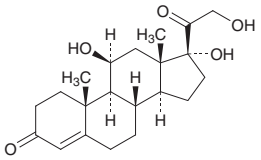
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.77 mg $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone



$C_{21}H_{30}O_5$：362.46

11β,17,21−Trihydroxypregn−4−ene−3,20−dione　［*50−23−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン（$C_{21}H_{30}O_5$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，エタノール（95）又は 1,4−ジオキサンにやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：212 ～ 220 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，直ちに黄緑色の蛍光を発し，液の色はだいだい色を経て徐々に暗赤色に変わる．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色を経てだいだい黄色に変わり，緑色の蛍光を発し，少量の綿状の浮遊物を生じる．

（2）　本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾン標準品のそれぞれをエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+150 ～ +156 °（乾燥後，0.1 g，1,4−ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　**類縁物質**　本品 20 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（17：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法　本品及びヒドロコルチゾン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをクロロホルム/メタノール混液（9：1）20 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾン（$C_{21}H_{30}O_5$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロコルチゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プレドニゾンのクロロホルム/メタノール混液（9：1）溶液（9 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：クロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（1000：20：1）

流量：ヒドロコルチゾンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ヒドロコルチゾンの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

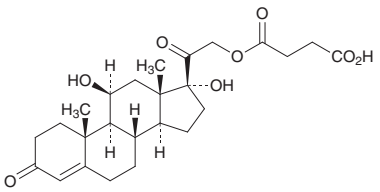
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法　容器　気密容器．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル

Hydrocortisone Succinate

コハク酸ヒドロコルチゾン



$C_{25}H_{34}O_8$：462.53

11β,17,21−Trihydroxypregn−4−ene−3,20−dione 21−(hydrogen succinate)　［*2203−97−6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾンコハク酸エステル（$C_{25}H_{34}O_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+147 ～ +153°（乾燥後，0.1 g，エタノール（99.5），10 mL，100 mm）．

純度試験 類縁物質 本品 25 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン 25 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 3 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（99.5）/ギ酸混液（150：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル（$C_{25}H_{34}O_8$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ヒドロコルチゾンコハク酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法

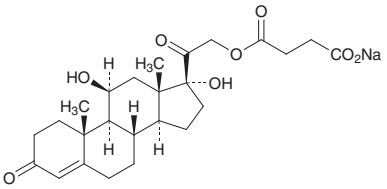
保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム

Hydrocortisone Sodium Succinate

コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム



$C_{25}H_{33}NaO_8$：484.51

Monosodium 11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-succinate ［*125-04-2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{33}NaO_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性状 本品は白色の粉末又は塊で，においはない．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.2 g を水 20 mL に溶かし，かき混ぜながら希塩酸 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 3 時間乾燥する．乾燥物 3 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） （1）で得た乾燥物 0.01 g をメタノール 1 mL に溶

かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）（1）で得た乾燥物 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし，10 分間放置する．析出した沈殿をろ過し，ろ液に希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，薄めたアンモニア試液（1 → 10）を加えて pH 約 6 に調整し，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（4）（1）で得た乾燥物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

（5） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+135 ～ +145°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）とする．更に，標準溶液（1）6 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）3 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール(99.5)/ギ酸混液（150：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，1 個以下であり，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

定量法　本品約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{33}NaO_8$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0475$

W_S：ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法

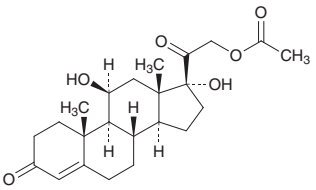
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヒドロコルチゾン酢酸エステル

Hydrocortisone Acetate

酢酸ヒドロコルチゾン



$C_{23}H_{32}O_6$：404.50

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-acetate

[*50-03-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル（$C_{23}H_{32}O_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 220 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え，加温して溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，薄めた硫酸（2 → 7）2 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（4） 本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれをエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：＋158 ～ ＋165°（乾燥後，50 mg，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 40 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（160：30：8：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法　本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾン酢酸エステル（$C_{23}H_{32}O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（13：7）

流量：ヒドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

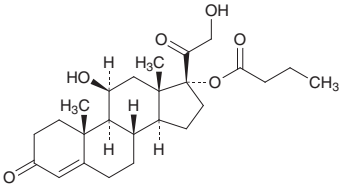
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法　容器　気密容器．

ヒドロコルチゾン酪酸エステル

Hydrocortisone Butyrate

酪酸ヒドロコルチゾン



$C_{25}H_{36}O_6$：432.55

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 17-butyrate

［*13609-67-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン酪酸エステル（$C_{25}H_{36}O_6$）96.0 ～ 104.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品はテトラヒドロフラン，クロロホルム又は 1,2-ジクロロエタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液に紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．また，この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2）　本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え，加温して溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，薄めた硫酸（2 → 7）2 mL を加え 1 分間穏やかに煮沸するとき，酪酸エチルのにおいを発する．

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

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{25}$：＋48 ～ ＋52°（乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 25 mg をテトラヒドロフラン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジク

ロロエタン/メタノール/水混液（470：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

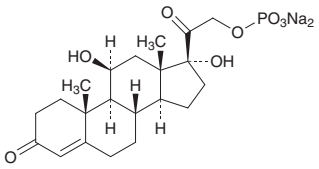
定 量 法 本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ヒドロコルチゾン酪酸エステル（$C_{25}H_{36}O_6$）の量（mg）
$= (A / 375) \times 25000$

貯 法 容 器 気密容器．

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

Hydrocortisone Sodium Phosphate
リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム



$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$：486.40
Disodium 11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-phosphate ［*6000-74-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

（3） 本品 1.0 g を少量の硫酸で潤し，徐々に加熱して灰化する．冷後，残留物を希硝酸 10 mL に溶かし，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，必要ならばろ過する．この液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+121 ～ +129°（乾燥物に換算したもの 1 g，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 9.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.600 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ，水を加えて正確に 25 mL とし，20 ± 1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 257.8$

W：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）

（6） 遊離ヒドロコルチゾン 本品 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のヒドロコルチゾンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヒドロコルチゾンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，5 時間）．

定 量 法 本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：乾燥物に換算したヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液（1：1）

流量：ヒドロコルチゾンリン酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾンリン酸エステル，パラオキシ安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏

Hydrocortisone and Diphenhydramine Ointment

製 法

ヒドロコルチゾン酢酸エステル	5 g
ジフェンヒドラミン	5 g
白色ワセリン	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は白色～微黄色である．

確認試験

（1） 本品 1 g にエタノール（95）10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液 5 mL をとり，エタノールを留去した後，残留物に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め黄緑色の蛍光を発し，徐々に黄色を経て黄褐色に変わる．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色に変わり，緑色の蛍光を発し，淡黄色の浮遊物を生じる（ヒドロコルチゾン酢酸エステル）．

（2） （1）のろ液 1 mL に pH 4.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 5 mL 及びブロモフェノールブルー試液 2 mL を加え，更にクロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は黄色を呈する（ジフェンヒドラミン）．

（3） 本品 1 g にメタノール 5 mL を加えて加温し，振り混ぜ，冷後，メタノール層を分取し，試料溶液とする．別に酢酸ヒドロコルチゾン及びジフェンヒドラミン 0.01 g ずつをそれぞれメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ジエチルエーテル混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．

貯 法

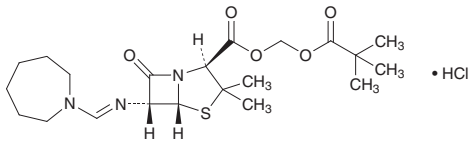
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ピブメシリナム塩酸塩

Pivmecillinam Hydrochloride

塩酸ピブメシリナム



$C_{21}H_{33}N_3O_5S \cdot HCl$：476.03

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(azepan-1-ylmethylene)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride [*32887-03-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 630 ～ 710 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，メシリナム（$C_{15}H_{23}N_3O_3S$：325.43）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピブメシリナム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋200 ～ ＋220°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法でなお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 3 mL を加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加し，pH を 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL をとり，以下検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をアセトニトリル/酢酸（100）混液（97：3）4.0 mL に溶かし，試料溶液とする．別にピブメシリナム塩酸塩標準品 2.0 mg を水 4.0 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，30 分間放置した後，試料溶液 2 μL をスポットする．直ちにアセトン/水/酢酸（100）混液（10：1：1）を展開溶媒として，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中で 10 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．また，試料溶液には主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（0.25 g，電量滴定法）．

定量法　本品及びピブメシリナム塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピブメシリナムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メシリナム（$C_{15}H_{23}N_3O_3S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液（1 → 12500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 0.771 g を水約 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.5 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 400 mL にアセトニトリル 600 mL を加える．

流量：ピブメシリナムの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピブメシリナム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピブメシリナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　器**　気密容器．

ヒプロメロース

Hypromellose

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

Cellulose, 2-hydroxypropyl methyl ether

[*9004-65-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである．

本品には 1828，2208，2906 及び 2910 の置換度タイプがあり，それぞれ定量するとき，換算した乾燥物に対し，以下の表に示すメトキシ基（$-OCH_3$：31.03）及びヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）を含む．

本品はその置換度タイプを表示すると共に，その粘度をミリパスカル秒（mPa･s）の単位で表示する．

置換度タイプ	メトキシ基（%）		ヒドロキシプロポキシ基（%）	
	下限	上限	下限	上限
1828	16.5	20.0	23.0	32.0
2208	19.0	24.0	4.0	12.0
2906	27.0	30.0	4.0	7.5
2910	28.0	30.0	7.0	12.0

◆**性　状**　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である．

本品はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．◆

確認試験

（1）　本品 1.0 g をビーカーに入れた水 100 mL の表面に，必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら，均一に分散し，放置するとき，水面上で凝集する．

（2）　本品 1.0 g を熱湯 100 mL に加え，かき混ぜるとき，懸濁液となる．この懸濁液を 10 ℃ に冷却し，かき混ぜるとき，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．

（3）　（2）の試験終了後の溶液 0.1 mL に薄めた硫酸（9 → 10）9 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で正確に 3 分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え，振り混ぜて 25 ℃ で放置するとき，液は初め紅色を呈し，更に 100 分間以内に紫色に変わる．

（4）　（2）の試験終了後の溶液 2 ～ 3 mL をスライドガラス上に薄く塗り，水を蒸発させるとき，透明なフィルムを形成する．

（5）　水 50 mL を正確に量り，（2）の試験終了後の溶液 50 mL を正確に加え，かき混ぜながら 1 分間に 2 ～ 5 ℃ 上昇するように加温する．液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき，50 ℃ 以上である．

粘　度〈*2.53*〉

第 1 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 未満のものに適用する．本品の換算した乾燥物 4.000 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 200.0 g とし，容器にふたをした後，かき混ぜ機を用いて，均一な分散液となるまで毎分 350 ～ 450 回転で 10 ～ 20 分間かき混ぜる．必要ならば容器の器壁に付着した試料をかき取り，分散液に加えた後，10 ℃ 以下の水浴中で 20 ～ 40 分間かき混ぜながら溶解する．必要ならば冷水を加えて 200.0 g とし，溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き，試料溶液とする．試料溶液につき，20 ± 0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき，表示粘度の 80 ～ 120 % である．

第 2 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 以上のものに適用する．本品の換算した乾燥物 10.00 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 500.0 g とし，以下第 1 法と同様に操作して試料溶液とする．試料溶液につき，20 ± 0.1 ℃ で粘度測定法第 2 法の単一円筒形回転粘度計により，次の条件で試験を行うとき，表示粘度の 75 ～ 140 % である．

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計 LV モデル

円筒番号，回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う．

表示粘度（mPa･s）	円筒番号	回転数/分	換算乗数
600 以上　1400 未満	3	60	20
1400 以上　3500 未満	3	12	100
3500 以上　9500 未満	4	60	100
9500 以上　99500 未満	4	6	1000
99500 以上	4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ，2 分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り，2 分間停止する．同様の操作を 2 回繰り返し，3 回の測定値を平均する．

pH〈*2.54*〉　粘度試験の試料溶液を 20 ± 2 ℃ とし，5 分間放置した液の pH は 5.0 ～ 8.0 である．

純度試験　重金属　本品 1.0 g を 100 mL のケルダールフラスコにとり，硝酸/硫酸混液（5：4）を試料が十分に潤うまで加えて穏やかに加熱する．この操作を硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を使用するまで繰り返す．液が黒色に変化するまで穏やかに煮沸する．冷後，硝酸 2 mL を加え，液が黒色に変化するまで加熱する．この操作を繰り返し，液が黒色に変化しなくなった後，濃い白煙を生じるまで強く加熱する．冷後，水 5 mL を加え，濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し，更に液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 5 mL を加えたとき，液がなお黄色を呈するときは，過酸化水素（30）1 mL を加え，液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 2 ～ 3 mL を加えて希釈した液をネスラー管に入れ，水を加えて 25 mL とし，検液とする．別に鉛標準液 2.0 mL を 100 mL のケルダールフラスコに入れ，硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を加え，更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え，濃い白煙を生じるまで加熱する．冷後，水 10 mL を加え，検液の調製に過酸化水素（30）を用いた場合には，その同量を加え，以下，検液の調製と同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にアンモニア水

(28) を加え，液の pH を 3.0 ～ 4.0 に調整し，水を加えて 40 mL とする．更にそれぞれチオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 1.2 mL，pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，5 分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方から観察して液の色を比較する．検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（ⅰ） 装置 分解瓶：5 mL の耐圧セラムバイアルで，外径 20 mm，高さ 50 mm，首部の外径 20 mm 及び内径 13 mm，セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で，アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの．又は同等の構造を持つもの．

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので分解瓶に適合するもの．加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか，又は振とう器に取り付けられて，毎分約 100 回の往復振とうができるもの．

（ⅱ） 操作法 本品約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，直ちに密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶の内容物の温度が 130±2 ℃ になるようにブロックを加熱しながら，加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて 60 分間かき混ぜる．マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には，加熱時間の初めの 30 分間，5 分ごとに手で振り混ぜる．冷後，その質量を精密に量り，減量が内容物質量の 0.50 % 以下又は内容物の漏れがないとき，混合物の上層を試料溶液とする．

別にアジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，直ちに密栓し，その質量を精密に量り，マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン 45 μL 及び定量用ヨウ化イソプロピル 15 ～ 22 μL を加え，それぞれの質量を精密に量る．分解瓶をよく振り混ぜた後，内容物の上層を標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液 1 ～ 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta}，Q_{Tb} 及び Q_{Sa}，Q_{Sb} を求める．

メトキシ基（CH_3O）の量（%）
$= (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (W_{Sa} / W) \times 21.86$

ヒドロキシプロポキシ基（$C_3H_7O_2$）の量（%）
$= (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (W_{Sb} / W) \times 44.17$

W_{Sa}：定量用ヨードメタンの秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量（mg）
W：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液（3 → 100）
試験条件
検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 ～ 4 mm，長さ 1.8 ～ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 ～ 20 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素．
流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 1 ～ 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨードメタン，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークは完全に分離する．

◆**貯 法 容 器** 密閉容器.◆

ヒプロメロースフタル酸エステル

Hypromellose Phthalate
ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル
ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート

Hydroxypropyl methylcellulose benzene-1,2-dicarboxylate
［*9050-31-1*］

本品はヒプロメロースのモノフタル酸エステルである．

本品はメトキシ基（$-OCH_3$：31.03），ヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）及びカルボキシベンゾイル基（$-COC_6H_4COOH$：149.12）を含む．

本品には 200731 及び 220824 の置換度タイプがあり，それぞれ定量するとき，換算した脱水物に対し，以下の表に示すカルボキシベンゾイル基を含む．

置換度タイプ	カルボキシベンゾイル基（%）	
	下限	上限
200731	27.0	35.0
220824	21.0	27.0

本品はその置換度タイプを表示すると共に，その動粘度を平方ミリメートル毎秒（mm^2/s）の単位で表示する．

性 状 本品は白色の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品は水，アセトニトリル，エタノール（99.5）又はヘキサンにほとんど溶けない．

本品はメタノール/ジクロロメタン混液（1：1）又はエタノール（99.5）/アセトン混液（1：1）を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒプロメロースフタル酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

粘 度〈*2.53*〉 本品を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，その 10 g

をとり，メタノールとジクロロメタンをそれぞれ質量比で50 % になるように混合した液 90 g を加え，かき混ぜた後更に振り混ぜて溶かし，20 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，表示単位の 80 ～ 120 % である．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，その赤色が消えるまで激しくかき混ぜながら希硝酸を滴加する．更にかき混ぜながら希硝酸 20 mL を加える．生成したゲル状の沈殿が粒子状になるまで水浴上でかき混ぜながら加熱し，冷後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 20 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 200 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL，希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.07 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） フタル酸 本品約 0.2 g を精密に量り，アセトニトリル約 50 mL を加え，超音波処理を行って部分的に溶かした後，水 10 mL を加え，再び超音波処理を行って溶かし，冷後，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にフタル酸約 12.5 mg を精密に量り，アセトニトリル約 125 mL を加え，かき混ぜて溶かした後，水 25 mL を加え，次にアセトニトリルを加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のフタル酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，フタル酸（$C_8H_6O_4$：166.13）の量は 1.0 % 以下である．

$$\text{フタル酸の量（\%）} = (C / W) \times (A_T / A_S) \times 10$$

C：標準溶液中のフタル酸の濃度（μg/mL）
W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

操作条件
- 検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 mm）
- カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 3 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度
- 移動相：0.1 mol/L シアン酢酸/アセトニトリル混液（17：3）
- 流量：毎分約 2.0 mL
- 試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，フタル酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（1 g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール（99.5）/ジクロロメタン混液（3：2）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）/アセトン/水混液（2：2：1）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

$$\text{カルボキシベンゾイル基（}C_8H_5O_3\text{）の含量（\%）} = \{(0.01 \times 149.1 \times V) / W\} - \{(2 \times 149.1 \times P) / 166.1\}$$

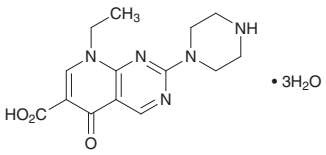
P：フタル酸の試験で得られたフタル酸の含量（%）
V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

貯 法 容 器 気密容器．

ピペミド酸水和物

Pipemidic Acid Hydrate

ピペミド酸三水和物



$C_{14}H_{17}N_5O_3 \cdot 3H_2O$：357.36

8-Ethyl-5-oxo-2-(piperazin-1-yl)-5,8-dihydropyrido[2,3-*d*]pyrimidine-6-carboxylic acid trihydrate

[*51940-44-4*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピペミド酸（$C_{14}H_{17}N_5O_3$：303.32）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1）本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし，希硝酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ液 30 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比

較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL，希硝酸 13.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし，希塩酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ液 30 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL，希塩酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g を薄めた酢酸（100）（1 → 20）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 20）を加え，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/トリエチルアミン混液（25：15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 14.5 ～ 16.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.33 mg $C_{14}H_{17}N_5O_3$

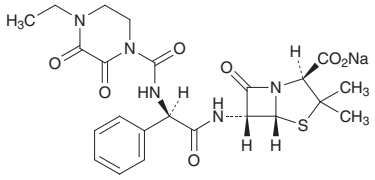
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ピペラシリンナトリウム

Piperacillin Sodium



$C_{23}H_{26}N_5NaO_7S$：539.54

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-phenylacetylamino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate ［*59703-84-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 863 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+175 ～ +190 °（脱水物に換算したもの 0.8 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 4 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

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

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.1 g を移動相 A 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．試料溶液の保持時間約 7 分のアンピシリンのピークの面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の 1/2 より大きくなく，保持時間約 17 分及び約 21 分の類縁物質 1 のピークの面積の和は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の 2 倍より大きくなく，保持時間約 56 分の類縁物質 2 のピークの面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積より大きくない．また，ピペラシリン以外のピークの合計面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の 5 倍より大きくない．ただし，ア

ンピシリン，類縁物質 1 及び 2 のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 1.39，1.32 及び 1.11 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/アセトニトリル/0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（45：4：1）

移動相 B：アセトニトリル/水/0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（25：24：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 7	100	0
7 ～ 13	100 → 83	0 → 17
13 ～ 41	83	17
41 ～ 56	83 → 20	17 → 80
56 ～ 60	20	80

流量：毎分 1.0 mL．この条件でピペラシリンの保持時間は約 33 分である．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，ピペラシリンの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピペラシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 15000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，ピペラシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に，ピペラシリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

ピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピペラシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸（100）60.1 g 及びトリエチルアミン 101.0 g をとり，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 25 mL に希酢酸 25 mL 及びアセトニトリル 210 mL を加え，更に水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：ピペラシリンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ピペラシリンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密封容器．

注射用ピペラシリンナトリウム
Piperacillin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 107.0 % に対応するピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55）を含む．

製　法　本品は「ピペラシリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験　「ピペラシリンナトリウム」の確認試験を準用する．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 4 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」4.0 g（力価）に対応する量を水 17 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　「ピペラシリンナトリウム」の純度試験（4）を準用する．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.04 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20

mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にピペラシリン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．以下「ピペラシリンナトリウム」の定量法を準用する．

ピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

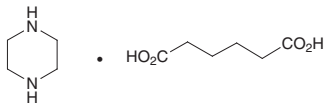
W_S：ピペラシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液（1 → 5000）

貯　法　容　器　密封容器．　本品は，ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

ピペラジンアジピン酸塩

Piperazine Adipate
アジピン酸ピペラジン



$C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$：232.28
Piperazine hexanedioate ［*142-88-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピペラジンアジピン酸塩（$C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 1 mL を加えてジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 152 ～ 155 ℃ である．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

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

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

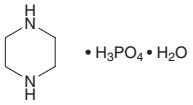
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 20 mL 及び非水滴定用アセトン 40 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 6 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.61 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$

貯　法　容　器　密閉容器．

ピペラジンリン酸塩水和物

Piperazine Phosphate Hydrate
ピペラジンリン酸塩
リン酸ピペラジン



$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：202.15
Piperazine monophosphate monohydrate ［*18534-18-4*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピペラジンリン酸塩（$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$：184.13）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品はギ酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約 222 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.018 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，希塩酸 5 mL，水 30 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液を加え，pH を 3.3 に調整し，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 50 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）/アセトン/エタノール（99.5）混液（8：3：3：2）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液を均等に噴霧した後，15 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 8.0 ～ 9.5 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り，ギ酸 10 mL に溶かし，酢酸（100）60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.207 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

ピペラジンリン酸塩錠

Piperazine Phosphate Tablets

リン酸ピペラジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するピペラジンリン酸塩水和物（$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：202.15）を含む．

製 法 本品は「ピペラジンリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ピペラジンリン酸塩水和物」0.1 g に対応する量をとり，水 10 mL を加え，10 分間加温しながら振り混ぜた後，放冷し，ろ過する．ろ液 3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

崩 壊 性〈6.09〉 試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は 10 分間とする．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ピペラジンリン酸塩水和物（$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，ギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとる．残留物にギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜ，再び遠心分離して上澄液をとる．更に酢酸（100）5 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返し，全上澄液を合わせ，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

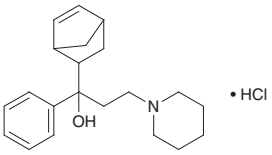
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 10.11 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

ビペリデン塩酸塩

Biperiden Hydrochloride

塩酸ビペリデン



$C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$：347.92

1-(Bicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-yl)-1-phenyl-3-(piperidin-1-yl)propan-1-ol monohydrochloride ［*1235-82-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ビペリデン塩酸塩（$C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯褐黄白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 270 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.02 g をリン酸 5 mL に溶かすとき，液は緑色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 5 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，臭素試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（5） 本品 0.02 g に水 10 mL を加え，加熱して溶かし，冷却した液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 20 mL にメチルレッド試液 1 滴を加えるとき，液は赤色又は黄色を呈しない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，メタノール 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（80：15：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外

のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.79 mg $C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$

貯 法

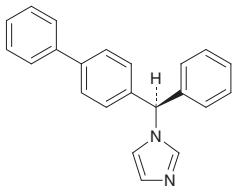
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ビホナゾール

Bifonazole

ビフォナゾール



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{18}N_2$：310.39

1-[(*RS*)-(Biphenyl-4-yl)(phenyl)methyl]-1*H*-imidazole

[*60628-96-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビホナゾール（$C_{22}H_{18}N_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品はジクロロメタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

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

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

融 点〈2.60〉 147 ～ 151 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 40 mL を加え，5 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 10 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉（1）のろ液 10 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL 及び 5 mL を正確に量り，それぞれメタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）及び（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（49：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.20 のスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ジクロロメタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 10 mL，希硫酸 5 mL 及びジクロロメタン 25 mL を加え，更に指示薬としてメチルエローのジクロロメタン溶液（1 → 500）2 ～ 3 滴を加え，強く振り混ぜながら 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液で，最小目盛 0.02 mL のビュレットを用いて滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，ジクロロメタン層の黄色がだいだい赤色に変わるときとする．

0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 1 mL

= 3.104 mg $C_{22}H_{18}N_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ヒマシ油

Castor Oil

OLEUM RICINI

本品はトウゴマ *Ricinus communis* Linné（*Euphorbiaceae*）の種子を圧搾して得た脂肪油である．

性 状 本品は無色～微黄色澄明の粘性の油で，わずかに特異なにおいがあり，味は初め緩和で，後にわずかにえぐい．

本品はエタノール（99.5）又はジエチルエーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶け

ない．

本品は 0 ℃ に冷却するとき，粘性を増し，徐々に混濁する．

確認試験　本品 3 g に水酸化カリウム 1 g を加え，注意して加熱融解するとき，特異なにおいを発する．この融解物に水 30 mL を加えて溶かした後，過量の酸化マグネシウムを加えてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性にするとき，白色の結晶を析出する．

比　重〈*1.13*〉　d_{25}^{25}：0.953 ～ 0.965

酸　価〈*1.13*〉　1.5 以下．

けん化価〈*1.13*〉　176 ～ 187

水酸基価〈*1.13*〉　155 ～ 177

ヨウ素価〈*1.13*〉　80 ～ 90

純度試験　**偽和物**　本品 1.0 g にエタノール（95）4.0 mL を加えて振り混ぜるとき，澄明に溶け，エタノール（95）15 mL を追加するとき，液は混濁しない．

貯　法　容　　器　気密容器．

加香ヒマシ油

Aromatic Castor Oil

製　法

ヒマシ油	990 mL
オレンジ油	5 mL
ハッカ油	5 mL
全　　量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性　状　本品は無色～類黄色澄明の濃稠な液で，芳香がある．

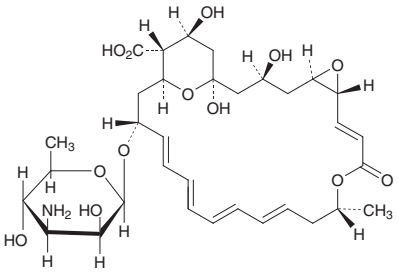
確認試験　本品 3 g に水酸化カリウム 1 g を加え，注意して加熱融解するとき，特異なにおいを発する．この融解物を水 30 mL に溶かした後，過量の酸化マグネシウムを加えてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性にするとき，白色の結晶を析出する．

貯　法　容　　器　気密容器．

ピマリシン

Pimaricin

ナタマイシン



$C_{33}H_{47}NO_{13}$：665.73

(1*R**, 3*S**, 5*R**, 7*R**, 8*E*, 12*R**, 14*E*, 16*E*, 18*E*, 20*E*, 22*R**, 24*S**, 25*R**, 26*S**)-22-(3-Amino-3, 6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-1, 3, 26-trihydroxy-12-methyl-10-oxo-6, 11, 28-trioxatricyclo[22.3.1.$0^{5,7}$]octacosa-8, 14, 16, 18, 20-pentaene-25-carboxylic acid　[*7681-93-8*]

本品は，*Streptomyces natalensis* の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ピマリシン（$C_{33}H_{47}NO_{13}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けにくく，水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 3 mg に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品 5 mg を酢酸（100）のメタノール溶液（1 → 100）に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピマリシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$_D^{20}$：＋243 ～ ＋259°（0.1 g，酢酸（100），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 20 mg をとり，メタノールに溶かして 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりピマリシン以外の物質の量を求めるとき，その合計は 4.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：303 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシ

リル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：酢酸アンモニウム 1.0 g を水/メタノール/テトラヒドロフラン混液（47：44：2）1000 mL に溶かす．
流量：ピマリシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．
面積測定範囲：ピマリシンの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たピマリシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のピマリシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピマリシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 1500 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピマリシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 6.0 ～ 9.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法 本品及びピマリシン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに酢酸（100）のメタノール溶液（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 295.5 nm，303 nm 及び 311 nm における吸光度 A_{T1}，A_{S1}，A_{T2}，A_{S2}，A_{T3} 及び A_{S3} を測定する．

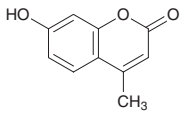
ピマリシン（$C_{33}H_{47}NO_{13}$）の量［μg(力価)］

$$= W_S \times \frac{A_{T2} - \dfrac{A_{T1} + A_{T3}}{2}}{A_{S2} - \dfrac{A_{S1} + A_{S3}}{2}} \times 1000$$

W_S：ピマリシン標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ヒメクロモン
Hymecromone



$C_{10}H_8O_3$：176.17
7-Hydroxy-4-methylchromen-2-one ［*90-33-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒメクロモン（$C_{10}H_8O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，エタノール（95），エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験
（1） 本品 2 mg を pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL に溶かすとき，液は強い青紫色の蛍光を発する．
（2） 本品 25 mg を薄めたエタノール（1 → 2）5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は初め黒褐色を呈し，放置するとき黄褐色に変わる．
（3） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 187 ～ 191 ℃

純度試験
（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.8 g をアセトン/水混液（2：1）40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．
（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.8 g をアセトン/水混液（2：1）40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）．
（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（5） 類縁物質　本品 80 mg をエタノール（95）10 mL

に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に水 14 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 17.62 mg $C_{10}H_8O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

沈降精製百日せきワクチン

Adsorbed Purified Pertussis Vaccine

本品は百日せき菌の防御抗原を含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきワクチンの条に適合する．

性 状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン

Adsorbed Diphtheria-Purified Pertussis-Tetanus Combined Vaccine

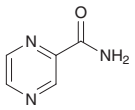
本品は百日せき菌の防御抗原を含む液及び「ジフテリアトキソイド」並びに破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得た破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチンの条に適合する．

性 状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ピラジナミド

Pyrazinamide



$C_5H_5N_3O$：123.11

Pyrazine-2-carboxamide ［*98-96-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピラジナミド（$C_5H_5N_3O$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）又は無水酢酸に溶けにくい．

確認試験

（1）本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融 点〈2.60〉 188 ～ 193 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

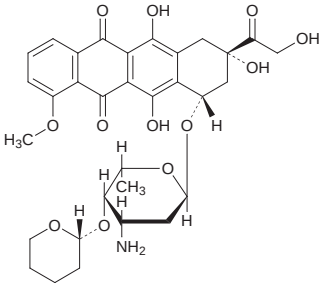
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.31 mg $C_5H_5N_3O$

貯 法 容 器 密閉容器．

ピラルビシン

Pirarubicin



$C_{32}H_{37}NO_{12}$：627.64

(2*S*, 4*S*)−4−{3−Amino−2, 3, 6−trideoxy−4−*O*−[(2*R*)−3, 4, 5, 6−tetrahydro−2*H*−pyran−2−yl]−α−L−*lyxo*−hexopyranosyloxy}−2, 5, 12−trihydroxy−2−hydroxyacetyl−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione　［*72496−41−4*］

本品は，ダウノルビシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ピラルビシン（$C_{32}H_{37}NO_{12}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 10 mg をメタノール 80 mL 及び薄めた塩酸（1 → 5000）6 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピラルビシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びピラルビシン標準品 5 mg ずつをクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤だいだい色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋195 ～ ＋215°（10 mg，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 10 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 10 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ピラルビシンのピークに対する相対保持時間約 0.45 のドキソルビシン及び相対保持時間約 1.2 のピークのピーク面積はそれぞれ標準溶液のピラルビシンのピーク面積より大きくなく，ピラルビシンのピークに対する相対保持時間約 1.9 及び相対保持時間約 2.0 のピークのピーク面積の和は標準溶液のピラルビシンのピーク面積の 5 倍より大きくない．ただし，ドキソルビシンのピーク面積は感度係数 0.94 を乗じた値とし，相対保持時間約 1.9 及び相対保持時間約 2.0 のピーク面積は感度係数 1.09 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ピラルビシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たピラルビシンのピーク面積が標準溶液のピラルビシンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

水　分〈*2.48*〉　2.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法　本品及びピラルビシン標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ピラルビシン（$C_{32}H_{37}NO_{12}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピラルビシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2−ナフトールの移動相溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.0 の 0.05 mol/L ギ酸アンモニウム緩衝液/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ピラルビシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピラルビシン，内標準物質の順に溶

出し，その分離度は 9 以上である．

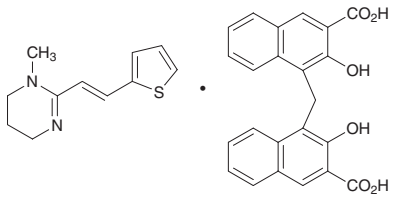
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

ピランテルパモ酸塩

Pyrantel Pamoate

パモ酸ピランテル



$C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$：594.68

1-Methyl-2-[(1*E*)-2-(thien-2-yl)vinyl]-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine mono[4,4′-methylenebis(3-hydroxy-2-naphthoate)] (1/1)　[*22204-24-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピランテルパモ酸塩（$C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，水，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：256 ～ 264 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.05 g にメタノール 10 mL 及び塩酸/メタノール混液（1：1）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする〔沈殿物は（2）の試験に用いる〕．試料溶液 0.5 mL に 2,3-インドリンジオンの硫酸溶液（1 → 1000）1 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） （1）で得た沈殿物をとり，メタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．この 0.01 g をとり，メタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

（3） 本品 0.1 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，メタノールを加えて 200 mL とする．この液 2 mL をとり，塩酸のメタノール溶液（9 → 1000）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，希硝酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し，冷後，水を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.75 g をとり，希塩酸 5 mL 及び水を加えて 100 mL とし，水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える（0.144 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得たピランテル及びパモ酸のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たピランテルのスポット（R_f 値約 0.3）より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

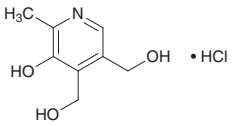
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，クロロホルム 25 mL 及び水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて 15 分間振り混ぜて抽出する．更にクロロホルム 25 mL ずつで同様に 2 回抽出する．クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g をおいた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，酢酸（100）30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 59.47 mg $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$

貯　法　容　　器　気密容器．

ピリドキシン塩酸塩

Pyridoxine Hydrochloride
塩酸ピリドキシン
ビタミン B_6



$C_8H_{11}NO_3$・HCl：205.64
4,5-Bis(hydroxymethyl)-2-methylpyridine-3-ol monohydrochloride ［*58-56-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，無水酢酸，酢酸（100）にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約 206 ℃（分解）．

確認試験

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

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したピリドキシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 2.5 ～ 3.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後，アセトン/テトラヒドロフラン/ヘキサン/アンモニア水（28）混液（65：13：13：9）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）溶液（1 → 20）を均等に噴霧した後，風乾し，更に 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（99.5）溶液（1 → 1000）を均等に噴霧した後，風乾するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）5 mL 及び無水酢酸 5 mL を加え，穏やかに煮沸して溶かす．冷後，無水酢酸 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.56 mg $C_8H_{11}NO_3$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ピリドキシン塩酸塩注射液

Pyridoxine Hydrochloride Injection
塩酸ピリドキシン注射液
ビタミン B_6 注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl：205.64）を含む．

製　法　本品は「ピリドキシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：3.0 ～ 6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ピリドキシン塩酸塩」0.05 g に対応する容量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液 2 mL に，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 288 ～ 292 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品の表示量に従い「ピリドキシン塩酸塩」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にピリドキシン塩酸塩標準品 0.01 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後，アセトン/テトラヒドロフラン/ヘキサン/アンモニア水（28）混液（65：13：13：9）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）溶液（1 → 20）を均等に噴霧した後，風乾し，更に 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（99.5）溶液（1 → 1000）を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青

色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

エンドトキシン〈*4.01*〉 3.0 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl）約 20 mg に対応する容量を，必要ならば水で薄めた後，正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別にピリドキシン塩酸塩標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 mL ずつを正確に量り，それぞれにバルビタール緩衝液 2.0 mL，2-プロパノール 9.0 mL 及び新たに製した 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（95）溶液（1 → 4000）2.0 mL を加えてよく振り混ぜ，更に 2-プロパノールを加えて正確に 25 mL とし，90 分間放置する．これらの液につき，水 1 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 650 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法

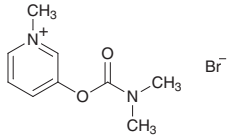
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ピリドスチグミン臭化物

Pyridostigmine Bromide

臭化ピリドスチグミン



$C_9H_{13}BrN_2O_2$：261.12

3-Dimethylcarbamoyloxy-1-methyl-pyridinium bromide

［*101-26-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピリドスチグミン臭化物（$C_9H_{13}BrN_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

本品は潮解性である．

確認試験

（1） 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 0.6 mL を加えるとき，ジメチルアミンの不快なにおいを発する．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 30000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 153 ～ 157 ℃

純度試験

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

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/塩化アンモニウム試液混液（5：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），100 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

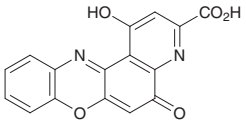
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL を加えて溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.11 mg $C_9H_{13}BrN_2O_2$

貯 法 容 器 密封容器．

ピレノキシン

Pirenoxine



$C_{16}H_8N_2O_5$：308.25

1-Hydroxy-5-oxo-5*H*-pyrido[3,2-*a*]phenoxazine-3-carboxylic acid ［*1043-21-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピレノキシン（$C_{16}H_8N_2O_5$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄褐色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けにくく，水，アセトニトリル，エタノール（95），テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg を pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL に溶かし，L-アスコルビン酸溶液（1 → 50）5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，暗紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品のpH6.5のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 10 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピレノキシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピレノキシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：塩化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.39 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 4.5 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 6.5 に調整する．この液 700 mL にアセトニトリル 200 mL 及びテトラヒドロフラン 30 mL を加えて混和する．

流量：ピレノキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：ピレノキシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 30 mL とする．この液 5 μL から得たピレノキシンのピーク面積が，標準溶液のピレノキシンのピーク面積の 5 ～ 8 % になることを確認する．

システムの性能：本品 3 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 16 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピレノキシン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピレノキシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ジメチルスルホキシド 140 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，水 30 mL を加え，直ちに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 6.165 mg $C_{16}H_8N_2O_5$

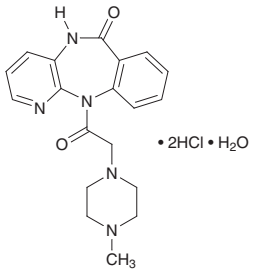
貯　法　容　　器　気密容器．

ピレンゼピン塩酸塩水和物

Pirenzepine Hydrochloride Hydrate

塩酸ピレンゼピン

塩酸ピレンゼピン水和物



$C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl・H_2O：442.34

11-[(4-Methylpiperazin-1-yl)acetyl]-5,11-dihydro-6*H*-pyrido[2,3-*b*][1,4]benzodiazepin-6-one dihydrochloride monohydrate ［*29868-97-1*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピレンゼピン塩酸塩（$C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl：424.32）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品 1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.0 ～ 2.0

である．

融点：約 245 ℃（分解）．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 F 1.2 mL に薄めた塩酸（1 → 40）8.8 mL を加える．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.3 g を水 10 mL に溶かす．この液 1 mL を量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピレンゼピン以外のピークの面積は，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のピレンゼピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 3/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.2 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

移動相 B：メタノール

移動相 C：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）	移動相 C（vol%）
0 ～ 15	55 → 25	30	15 → 45
15 ～	25	30	45

流量：ピレンゼピンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピレンゼピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たピレンゼピンのピークの面積が，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸フェニルピペラジン 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かす．この液 1 mL 及び試料溶液 1 mL を混和し，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピレンゼピン，フェニルピペラジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピレンゼピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 3.5 ～ 5.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.14 mg $C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ピロ亜硫酸ナトリウム

Sodium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_5$：190.11

本品は定量するとき，ピロ亜硫酸ナトリウム（$Na_2S_2O_5$）95.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，二酸化イオウのにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

本品は吸湿性である．

本品は空気中で徐々に分解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び亜硫酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

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

（2） チオ硫酸塩 本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし，希

塩酸 5 mL を徐々に加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 10 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色となるまで加え，次に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り，直ちに正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．次に塩酸 1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 4.753 mg $Na_2S_2O_5$

貯 法

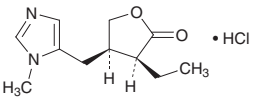
保存条件 遮光して，なるべく全満し，30 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

ピロカルピン塩酸塩

Pilocarpine Hydrochloride

塩酸ピロカルピン



$C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl：244.72

(3*S*, 4*R*)-3-Ethyl-4-(1-methyl-1*H*-imidazol-5-ylmethyl)-4,5-dihydrofuran-2(3*H*)-one monohydrochloride

[*54-71-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピロカルピン塩酸塩（$C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし，希硝酸 1 滴，過酸化水素試液 1 mL，クロロホルム 1 mL 及び二クロム酸カリウム溶液（1 → 300）1 滴を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈し，水層は無色～淡黄色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）1 mL に希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿又は混濁を生じる．

融 点〈*2.60*〉 200 ～ 203 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5.0 mL に希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硝酸塩 （1）の試料溶液 2.0 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL を加え，これを硫酸 4 mL 上に層積するとき，境界面は暗褐色を呈しない．

（3） 類縁物質 本品 0.3 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア試液混液（85：14：2）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 10 分間乾燥し，冷後，ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 B より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

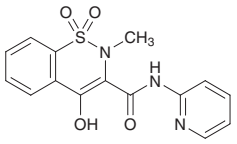
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.47 mg $C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ピロキシカム
Piroxicam



$C_{15}H_{13}N_3O_4S$：331.35
4-Hydroxy-2-methyl-*N*-(pyridin-2-yl)-2*H*-1,2-benzothiazine-3-carboxamide 1,1-dioxide ［*36322-90-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ピロキシカム（$C_{15}H_{13}N_3O_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸にやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g をメタノール/0.5 mol/L 塩酸試液混液（490：1）に溶かし，200 mL とする．この液 1 mL を量り，メタノール/0.5 mol/L 塩酸試液混液（490：1）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もしこれらのスペクトルに差を認めるときは，本品をジクロロメタンに溶かした後，ジクロロメタンを蒸発し，残留物を水浴上で乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 75 mg を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピロキシカム以外のピークの面積は，標準溶液のピロキシカムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のピロキシカム以外のピークの合計面積は，標準溶液のピロキシカムのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（3：2）

流量：ピロキシカムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロキシカムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たピロキシカムのピーク面積が，標準溶液のピロキシカムのピーク面積の 17.5 ～ 32.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロキシカムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 6000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸(100)混液（1：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.14 mg $C_{15}H_{13}N_3O_4S$

貯 法 容 器　気密容器．

ピロキシリン
Pyroxylin

本品はセルロースの硝酸エステルで，通例，2-プロパノール又はその他の適当な溶媒で潤したものである．

性　状　本品は白色で，綿状又はフレーク状である．

本品はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は熱及び光によって分解し，亜硝酸ガスを発生する．

確認試験　本品は点火するとき，光輝ある炎を上げて極めてよく燃える．

純度試験

（1）　溶状　本品を 80 ℃ で 2 時間乾燥し，その 1.0 g をジエチルエーテル/エタノール（95）混液（3：1）25 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸　本品を 80 ℃ で 2 時間乾燥し，その 1.0 g に水 20 mL を加え，10 分間振り混ぜてろ過するとき，ろ液は中性である．

（3）　水可溶物　（2）のろ液 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，残留物の量は 1.5 mg

以下である．

（4） 強熱残留物　本品を 80 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 2 g を精密に量り，ヒマシ油のアセトン溶液（1 → 20）10 mL で潤して試料をゲル化する．内容物に点火して試料を炭化した後，約 500 ℃ で 2 時間強熱し，デシケーター（シリカゲル）で放冷するとき，残留物の量は 0.30 % 以下である．

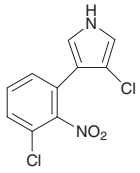
貯　法

保存条件　遮光して，ゆるやかに詰め，火気を避け，なるべく冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

ピロールニトリン

Pyrrolnitrin



$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$：257.07

3-Chloro-4-(3-chloro-2-nitrophenyl)pyrrole　［*1018-71-9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 970 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ピロールニトリン（$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピロールニトリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　124 ～ 128 ℃

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にキシレン/酢酸エチル/ギ酸混液（18：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これに薄めた硫酸（1 → 3）を均等に噴霧し，100 ℃ で 30 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びピロールニトリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル（3 → 5）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，薄めたアセトニトリル（3 → 5）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ピロールニトリン（$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピロールニトリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　安息香酸ベンジルの薄めたアセトニトリル（3 → 5）溶液（3 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（11：9）

流量：ピロールニトリンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロールニトリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

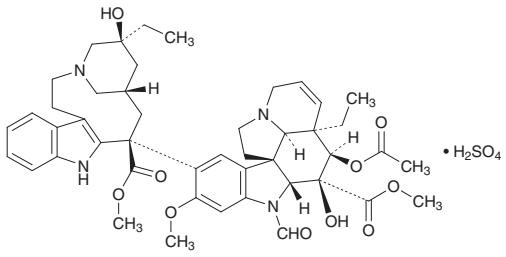
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ビンクリスチン硫酸塩

Vincristine Sulfate

硫酸ビンクリスチン



$C_{46}H_{56}N_4O_{10}・H_2SO_4$：923.04

Methyl (3a*R*,4*R*,5*S*,5a*R*,10b*R*,13a*R*)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[(5*S*,7*S*,9*S*)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-azacycloundecino[5,4-*b*]indol-9-yl]-6-formyl-5-hydroxy-8-methoxy-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1*H*-indolizino[8,1-*cd*]carbazole-5-carboxylate monosulfate [*2068-78-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ビンクリスチン硫酸塩（$C_{46}H_{56}N_4O_{10}・H_2SO_4$）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

旋光度 〔α〕$_D^{20}$：+28.5 ～ +35.5°（乾燥物に換算したもの 0.2 g，水，10 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）・リン酸試液 2 mL に溶かすとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.02 g を塩化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，アンモニア試液で pH を 9 ～ 10 に調整した後，クロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，塩化ナトリウム試液少量で洗った後，無水硫酸ナトリウム少量を加え，数分間放置する．脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固し，残留物を少量のクロロホルムに溶かす．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 10 mg を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 25 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 25 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の主ピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンクリスチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のビンクリスチンのピーク面積の 2/5 より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：297 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノールを移動相 A とし，水/ジエチルアミン混液（197：3）にリン酸を加え，pH を 7.5 に調整した液を移動相 B とする．試料注入後 24 分間は移動相 A/移動相 B 混液（31：19）を送液し，次の 30 分間は移動相 A の割合を毎分 1 % ずつ増加させながら移動相 A/移動相 B 混液を送液する．次の 4 分間は移動相 A の割合を毎分 7.5 % ずつ減少させながら移動相 A/移動相 B 混液を送液し，その後は移動相 A/移動相 B 混液（31：19）を送液する．

流量：ビンクリスチンの保持時間が約 19 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸ビンブラスチン 10 mg ずつを水 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たビンクリスチンのピーク高さが 5 ～ 15 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンクリスチンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 12.0 % 以下（50 mg，減圧，105 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品約 10 mg を精密に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 296 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ビンクリスチン硫酸塩（$C_{46}H_{56}N_4O_{10}・H_2SO_4$）の量（mg）
$= (A / 177) \times 5000$

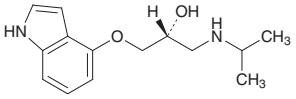
貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

ピンドロール

Pindolol



及び鏡像異性体

$C_{14}H_{20}N_2O_2$：248.32

(2*RS*)−1−(1*H*−Indol−4−yloxy)−
3−(1−methylethyl)aminopropan−2−ol ［*13523−86−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピンドロール（$C_{14}H_{20}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希硫酸又は酢酸（100）に溶ける．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）1 mL に塩酸 1−(4−ピリジル)ピリジニウムクロリド溶液（1 → 1000）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後，塩酸 1 mL を加えるとき，液は青色〜青紫色を呈し，次に赤紫色に変わる．

（2） 本品 0.05 g を希硫酸 1 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（264 nm）：333 〜 350（10 mg，メタノール，500 mL）．

融　点〈*2.60*〉　169 〜 173 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を酢酸（100）10 mL に溶かし，直ちに観察するとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 A 4 mL を正確に量り，水 6 mL を正確に加えて，混和する．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/イソプロピルアミン混液（5：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（3 → 5）及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 50）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタノール 80 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 24.83 mg $C_{14}H_{20}N_2O_2$

貯　法

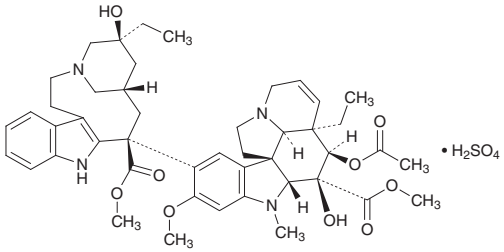
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ビンブラスチン硫酸塩

Vinblastine Sulfate

硫酸ビンブラスチン



$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$：909.05

Methyl（3a*R*,4*R*,5*S*,5a*R*,10b*R*,13a*R*)−4−acetoxy−3a−ethyl−9−[(5*S*,7*S*,9*S*)−5−ethyl−5−hydroxy−9−methoxycarbonyl−1,4,5,6,7,8,9,10−octahydro−3,7−methano−3−azacycloundecino[5,4−*b*]indol−9−yl]−5−hydroxy−8−methoxy−6−methyl−3a,4,5,5a,6,11,12,13a−octahydro−1*H*−indolizino[8,1−*cd*]carbazole−5−carboxylate monosulfate ［*143−67−9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）96.0 〜 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色〜微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

旋光度 〔α〕$^{20}_{D}$：−28 〜 −35°（乾燥物に換算したもの 20 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン硫酸塩標

準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH 〈2.54〉 本品 15 mg を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 50 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質 本品約 4 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液 200 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 1/4 より大きくない．また，試料溶液の主ピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 3/4 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンブラスチンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確にとり，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 200 μL から得たビンブラスチンのピーク面積が標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 1.7 ～ 3.3 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 200 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量 本品約 10 mg につき，次の操作条件で熱分析法第 2 法〈2.52〉により試験を行うとき，15.0 % 以下である．

操作条件

加熱速度：毎分 5 ℃

測定温度範囲：室温 ～ 200 ℃

雰囲気ガス：乾燥窒素

雰囲気ガスの流量：毎分 40 mL

定 量 法 本品及びビンブラスチン硫酸塩標準品（別途本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のビンブラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 7 mL に水を加えて 500 mL とし，リン酸で pH を 7.5 に調整する．この液 380 mL にメタノール/アセトニトリル混液（4：1）620 mL を加える．

流量：ビンブラスチンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ビンクリスチン 10 mg ずつを水 25 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して，−20 ℃ 以下に保存する．

容 器 気密容器．

注射用ビンブラスチン硫酸塩

Vinblastine Sulfate for Injection

注射用硫酸ビンブラスチン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応するビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$：909.05）を含む．

製 法 本品は「ビンブラスチン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は白色～微黄色の軽質の塊又は粉末である．

本品は水に溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 1000）の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

確認試験 「ビンブラスチン硫酸塩」の確認試験（1）を準用する．

純度試験 類縁物質 本品 4 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液 200 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液の主ピーク

以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　10 EU/mg 未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）約 0.4 mg を含む液となるように，水に溶かし，正確に V mL とし，試料溶液とする．別にビンブラスチン硫酸塩標準品（別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とし，標準溶液とする．以下「ビンブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する．

ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (25 / V)$

W_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品につき，ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）0.10 g に対応する個数をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，100 mL のメスフラスコに移す．各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にビンブラスチン硫酸塩標準品（別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とし，標準溶液とする．以下「ビンブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する．

ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 10$

W_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

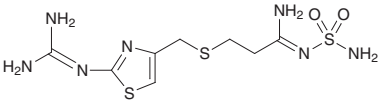
貯　法

保存条件　遮光して，2 ～ 8 ℃ に保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ファモチジン

Famotidine



$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45

N−Aminosulfonyl−3−{[2−(diaminomethyleneamino)−1,3−thiazol−4−yl]methylsulfanyl}propanimidamide

[*76824−35−6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は 0.5 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 164 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を 0.5 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g を酢酸（100）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL，2 mL 及び 3 mL を正確に量り，それぞれに酢酸（100）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットし，窒素気流中で乾燥する．次に酢酸エチル/メタノール/トルエン/アンモニア水（28）混液（40：25：20：2）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットと比較して総量を求めるとき，0.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.87 mg $C_8H_{15}N_7O_2S_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ファモチジン散
Famotidine Powder

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45）を含む．

製 法 本品は「ファモチジン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01 g に対応する量をとり，0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 5 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品の表示量に従いファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，試験液に pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 266 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 mg/g 散及び 100 mg/g 散の 15 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上及び 85 % 以上である．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の表示量に対する溶出率（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）
C：1 g 中のファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の表示量（mg）

定 量 法 本品のファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，水 20 mL を加え，よく振り混ぜる．次にメタノール 20 mL を加え，更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ファモチジン錠
Famotidine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106 .0 % に対応するファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45）を含む．

製 法 本品は「ファモチジン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，その表示量に従い「ファモチジン」0.01 g に対応する量をとり，0.05 mol/L リン酸二水素

カリウム試液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 5 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 2 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノールを加え，更によく振り混ぜた後，1 mL 中にファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 0.2 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 500)$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品のファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）0.2 g に対応する個数をとり，水 50 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール 100 mL を加え，更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法　容器　気密容器．

注射用ファモチジン
Famotidine for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45）を含む．

製法　本品は「ファモチジン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の多孔性の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01 g に対応する量をとり，0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL を加えて溶かす．この液 5 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02 g に対応する量をとり，水 1 mL を加えて溶かした液の pH は 4.9 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02 g に対応する量をとり，水 1 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）類縁物質　本品につき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 0.1 g に対応する個数をとり，開封し，それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のファモチジン以外の各々のピークの合計面積は，標準溶液のファモチジン

のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファモチジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たファモチジンのピーク面積が，標準溶液のファモチジンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ファモチジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 1.5 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．

エンドトキシン〈*4.01*〉 15 EU/mg 未満．

定 量 法 本品につき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 0.1 g に対応する個数をとり，開封し，それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

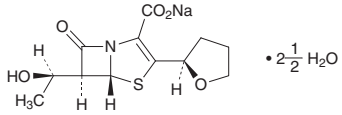
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　密封容器．

ファロペネムナトリウム水和物

Faropenem Sodium Hydrate

ファロペネムナトリウム



$C_{12}H_{14}NNaO_5S \cdot 2\frac{1}{2}H_2O$：352.34

Monosodium (5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-7-oxo-3-[(2*R*)-tetrahydrofuran-2-yl]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylate hemipentahydrate

[*122547-49-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 870 ～ 943 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg を塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 1 mL に溶かし，3 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色～褐色を呈する．

（2） 本品及びファロペネムナトリウム標準品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品及びファロペネムナトリウム標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+145 ～ +150 °（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　別に規定する．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉 12.6 ～ 13.1 %（20 mg，電量滴定法）．

定 量 法 本品及びファロペネムナトリウム標準品約 25 mg

（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて溶かし，50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファロペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：305 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 4.8 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.4 g 及び臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とする．この液 870 mL にアセトニトリル 130 mL を加える．

流量：ファロペネムの保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ファロペネムの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ファロペネムナトリウム錠
Faropenem Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32）を含む．

製　法　本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」70 mg（力価）に対応する量をとり，水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過した液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 254 ～ 258 nm 及び 304 ～ 308 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 180 mL を加えて崩壊するまで激しく振り混ぜた後，表示量に従い 1 mL 中に「ファロペネムナトリウム水和物」約 1 mg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に *V* mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 275 nm，305 nm 及び 354 nm における吸光度 A_{T275}，A_{T305}，及び A_{T354} 並びに A_{S275}，A_{S305}，及び A_{S354} を測定し，A_T 及び A_S を計算する．

$A_T = A_{T305} - (49 \times A_{T275} + 30 \times A_{T354}) / 79$

$A_S = A_{S305} - (49 \times A_{S275} + 30 \times A_{S354}) / 79$

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 25)$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

定 量 法　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えてよく振り混ぜた後，50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．以下「ファロペネムナトリウム水和物」の定量法を準用する．

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

シロップ用ファロペネムナトリウム
Faropenem Sodium for Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 106.0 % に対応するファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32）を含む．

製　法　本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」25 mg（力価）に対応する量をとり，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 50 mL とし，必要ならばろ過し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長

254 ～ 258 nm 及び 304 ～ 308 nm に吸収の極大を示す．

水　分〈2.48〉 1.5 ～ 2.1 %（80 mg，電量滴定法）．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を必要ならば粉末とし，本品の表示量に従いファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えてよく振り混ぜ，水を加えて 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．以下「ファロペネムナトリウム水和物」の定量法を準用する．

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

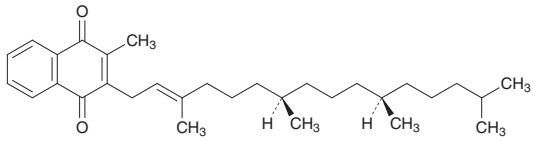
容　　器　気密容器．

フィトナジオン

Phytonadione

ビタミン K_1

フィトメナジオン



$C_{31}H_{46}O_2$：450.70

2-Methyl-3-[(2*E*,7*R*,11*R*)-3,7,11,15-tetramethylhexadec-2-en-1-yl]-1,4-naphthoquinone　[*84-80-0*]

本品は定量するとき，フィトナジオン（$C_{31}H_{46}O_2$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色の澄明な粘性の液である．

本品はイソオクタンと混和する．

本品はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解し，赤褐色になる．

比重　d_{20}^{20}：約 0.967

確認試験

（1）本品のイソオクタン溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のイソオクタン溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.525 ～ 1.529

純度試験

（1） 吸光度の比　本品のイソオクタン溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 248.5 nm，253.5 nm 及び 269.5 nm における吸光度 A_1，A_2 及び A_3 を測定するとき，A_2/A_1 は 0.69 ～ 0.73，A_2/A_3 は 0.74 ～ 0.78 である．また，本品のイソオクタン溶液（1 → 10000）につき，波長 284.5 nm 及び 326 nm における吸光度 A_4 及び A_5 を測定するとき，A_4/A_5 は 0.28 ～ 0.34 である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） メナジオン　本品 20 mg を水/エタノール（95）混液（1：1）0.5 mL に溶かし，3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンのエタノール（95）溶液（1 → 20）1 滴及びアンモニア水（28）1 滴を加え，2 時間放置するとき，液は青紫色を呈しない．

異性体比　本操作は光を避け，速やかに行う．本品 30 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 4 mL に移動相を加えて 25 mL とする．この液 10 mL に移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，*Z* 体のピーク面積 A_{TZ} 及び *E* 体のピーク面積 A_{TE} を測定するとき，$A_{TZ}/(A_{TZ} + A_{TE})$ は 0.05 ～ 0.18 である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，*Z* 体，*E* 体の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*E* 体及び *Z* 体のピークの合計面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本操作は光を避け，速やかに行う．本品及びフィトナジオン標準品約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 7 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *E* 体及び

Z 体のピークの合計面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フィトナジオン（$C_{31}H_{46}O_2$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フィトナジオン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸コレステロールの移動相溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液（4000：3）

流量：フィトナジオンの 2 つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*Z* 体，*E* 体の順に溶出し，*Z* 体と *E* 体の分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *E* 体及び *Z* 体のピークの合計面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

乾燥弱毒生風しんワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Rubella Vaccine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は弱毒生風しんウイルスを含む．

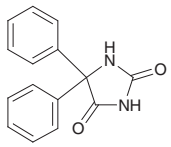
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生風しんワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液となる．

フェニトイン

Phenytoin

ジフェニルヒダントイン



$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27

5,5-Diphenylimidazolidine-2,4-dione　［*57-41-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 296 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.02 g をアンモニア試液 2 mL に溶かし，硝酸銀試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g にアンモニア試液 1 mL 及び水 1 mL を加えて煮沸し，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）50 mL にアンモニア試液 10 mL を加えた液 2 mL を滴加するとき，赤色の結晶性の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を混ぜ，加熱して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（4）　本品 0.1 g にサラシ粉試液 3 mL を加え，5 分間振り混ぜ，熱湯 15 mL を加えて油状の沈降物を溶かす．冷後，希塩酸 1 mL を滴加し，更に水 4 mL を加え，生じた白色の沈殿をろ取し，水で洗った後，沈殿に付着する水分をろ紙で圧して除く．次に沈殿をクロロホルム 1 mL に溶かし，薄めたエタノール（9 → 10）5 mL を加え，ガラス棒で器壁をこすって白色の結晶性の沈殿を生成させる．この沈殿をエタノール（95）で洗った後，乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は，165 ～ 169 ℃ である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．また，これを加熱するとき，白濁を生じない．冷後，これにアセトン 5 mL を混和するとき，液は無色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 2.0 g に水 40 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（ⅰ）　試料溶液 10 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は無色である．また，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.15 mL を追加するとき，液は赤色を呈する．

（ⅱ）　試料溶液 10 mL に 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及びメチルレッド試液 5 滴を加えるとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.30 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL を加え，加温して溶かし，直ちにチモールフタレイン試液 0.5 mL を加え，液が淡青色を呈する

まで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，次にピリジン 1 mL，フェノールフタレイン試液 5 滴及び硝酸銀試液 25 mL を加え，液が 1 分間持続する淡赤色を呈するまで，更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 25.23 mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

貯　法　容　　器　密閉容器．

フェニトイン散

Phenytoin Powder

ジフェニルヒダントイン散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するフェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27）を含む．

製　法　本品は「フェニトイン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「フェニトイン」0.3 g に対応する量をとり，ジエチルエーテル 100 mL ずつで 2 回よくかき混ぜて抽出し，抽出液を合わせてろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

定 量 法　本品のフェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，エタノール（95）100 mL を正確に加えて 30 分間かき混ぜた後，遠心分離する．上澄液 50 mL を正確に量り，チモールフタレイン試液 0.5 mL を加え，液が淡青色を呈するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，次にピリジン 1 mL，フェノールフタレイン試液 5 滴及び硝酸銀試液 12.5 mL を加え，液が 1 分間持続する淡赤色を呈するまで，更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 25.23 mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

貯　法　容　　器　密閉容器．

フェニトイン錠

Phenytoin Tablets

ジフェニルヒダントイン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するフェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27）を含む．

製　法　本品は「フェニトイン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

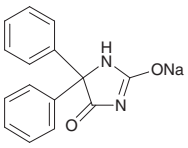
定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）約 0.3 g に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，希塩酸 1 mL 及び水 10 mL を加え，ジエチルエーテル 100 mL で 1 回，次に 25 mL ずつで 4 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，質量を量り，フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）の量とする．

貯　法　容　　器　密閉容器．

注射用フェニトインナトリウム

Phenytoin Sodium for Injection

注射用ジフェニルヒダントインナトリウム



$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$：274.25

Monosodium 5,5-diphenyl-4-oxoimidazolidin-2-olate

［*630-93-3*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニトインナトリウム（$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$）98.5 % 以上を含み，表示量の 92.5 ～ 107.5 % に対応するフェニトインナトリウム（$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$）を含む．

製　法　本品は注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は約 12 である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に二酸化炭素を吸収してフェニトインの結晶を析出する．

確認試験

（1）　定量法で得た残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

（2）　本品 0.5 g を強熱し，冷後，残留物を水 10 mL に溶かした液は，赤色リトマス紙を青変する．また，この液はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．また，わずかに混濁することがあっても，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 4.0 mL を加えるとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

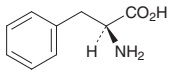
定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．これを乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 50 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加え，ジエチルエーテル 100 mL で抽出する．更にジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出し，全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，質量を量り，フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27）の量とする．

フェニトインナトリウム（$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$）の量（mg）
= フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）の量（mg）× 1.0871

貯　法　容　　器　密封容器.

L−フェニルアラニン

L−Phenylalanine



$C_9H_{11}NO_2$：165.19
(2*S*)−2−Amino−3−phenylpropanoic acid ［*63−91−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L−フェニルアラニン（$C_9H_{11}NO_2$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

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

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33.0 ～ −35.5°（乾燥後，0.5 g，水，25 mL，100 mm）.

pH〈*2.54*〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.3 ～ 6.3 である.

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

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

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

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

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）.

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，水 15 mL を加え，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）.

（7） 類縁物質　本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

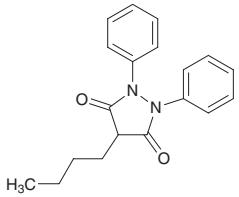
定量法　本品を乾燥し，その約 0.17 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.52 mg $C_9H_{11}NO_2$

貯　法　容　　器　気密容器.

フェニルブタゾン

Phenylbutazone



$C_{19}H_{20}N_2O_2$：308.37
4−Butyl−1,2−diphenylpyrazolidine−3,5−dione ［*50−33−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニルブタゾン（$C_{19}H_{20}N_2O_2$）99.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い.

本品はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1） 本品 0.1 g に酢酸（100）1 mL 及び塩酸 1 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，水 10 mL を加え，氷冷する．この液をろ過し，ろ液に亜硝酸ナトリウム試液 3 ～ 4 滴を加える．この液 1 mL に 2−ナフトール試液 1 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は濃赤色を呈する.

（2） 本品 1 mg を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融　点〈*2.60*〉 104 ～ 107 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム溶液（2 → 25）20 mL に溶かし，25±1℃ で 3 時間放置するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.05 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 硫酸呈色物 本品 1.0 g を硫酸 20 mL に溶かし，25±1℃ で正確に 30 分間放置するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は，0.10 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，アセトン 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の青色が 15 秒間持続するときとする．別にアセトン 25 mL に水 16 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

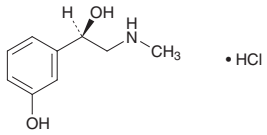
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 30.84 mg $C_{19}H_{20}N_2O_2$

貯 法 容 器 気密容器．

フェニレフリン塩酸塩

Phenylephrine Hydrochloride

塩酸フェニレフリン



$C_9H_{13}NO_2$・HCl：203.67

(1*R*)-1-(3-Hydroxyphenyl)-2-methylaminoethanol monohydrochloride ［*61-76-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニレフリン塩酸塩（$C_9H_{13}NO_2$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加え，更に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．次にジエチルエーテル 1 mL を加えて振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層は青色を呈しない．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は持続する紫色を呈する．

（3） 本品 0.3 g を水 3 mL に溶かし，アンモニア試液 1 mL を加え，ガラス棒で試験管の内壁をこするとき，沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷冷した水数滴で洗い，105℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 170 ～ 177℃ である．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−42.0 ～ −47.5°（乾燥後，0.5 g，水，10 mL，100 mm）．

融 点〈2.60〉 140 ～ 145℃

純度試験

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

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） ケトン 本品 0.20 g を水 1 mL に溶かし，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 2 滴及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，酢酸（100）0.6 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：本品を用いないで，同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 40 mL に溶かし，0.05 mol/L 臭素液 50 mL を正確に加える．更に塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 10 mL を注意して加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，5 分間放置し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 3.395 mg $C_9H_{13}NO_2$・HCl

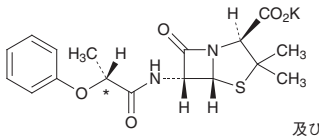
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フェネチシリンカリウム

Phenethicillin Potassium



及びC*位エピマー

$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$：402.51

Monopotassium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*RS*)-2-phenoxypropanoylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate　[*132-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1400 ～ 1480 単位を含む．ただし，本品の力価は，フェネチシリンカリウム（$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$）としての量を単位で示し，その 1 単位はフェネチシリンカリウム（$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$）0.68 μg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+217 ～ +244°（乾燥物に換算したもの 1 g，リン酸塩試液 100 mL，100 mm）．

L-α-フェネチシリンカリウム　本品 50 mg を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，D-α-フェネチシリン及び L-α-フェネチシリンのピーク面積 A_D 及び A_L を自動積分法により測定するとき，$A_L/(A_D + A_L)$ は 0.50 ～ 0.70 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 150）/アセトニトリル混液（41：10）にリン酸を加え，pH を 7.0 に調整する．

流量：L-α-フェネチシリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，D-α-フェネチシリン，L-α-フェネチシリンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，L-α-フェネチシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の D-α-フェネチシリン及び L-α-フェネチシリン以外のピークの合計面積は標準溶液の D-α-フェネチシリン及び L-α-フェネチシリンのピーク面積の和の 5 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は L-α-フェネチシリンカリウムの試験条件を準用する．

面積測定範囲：L-α-フェネチシリンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は L-α-フェネチシリンカリウムのシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得た L-α-フェネチシリンのピーク面積が，標準溶液の L-α-フェネチシリンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品及び乾燥したフェネチシリンカリウム標準品約 40000 単位に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，100 mL の共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 2.0 mL ずつを加え，正確に 15 分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸（1 → 10）2.0 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，正確に 15 分間放置する．次に，デンプン試液 0.2 ～ 0.5 mL を加え，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．別に，試料溶液及び標準溶液にそれぞれ 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，以下，同様に操作して空試験を行い（ただし，15 分間放置しない），補正する．試料溶液及び標準溶液の消費した 0.005 mol/L ヨウ素液の量（mL）をそれぞれ V_T 及び V_S とする．

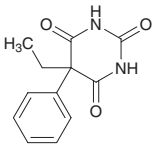
フェネチシリンカリウム（$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$）の量（単位）
$= W_S \times (V_T / V_S)$

W_S：フェネチシリンカリウム標準品の秤取量（単位）

貯 法 容 器　密閉容器．

フェノバルビタール

Phenobarbital



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

5-Ethyl-5-phenylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

［*50-06-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェノバルビタール（$C_{12}H_{12}N_2O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール（95），アセトン又はピリジンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2）　本品 0.1 g を薄めたピリジン（1 → 10）5 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，淡赤紫色の沈殿を生じる．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．別に本品 0.1 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ～ 3 滴及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えるとき，水層に淡赤紫色の沈殿を生じ，振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．

（3）　本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ，4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール（95）7 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，1 時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い，エタノール（95）/クロロホルム混液（1：1）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 181 ～ 185 ℃ である．

（4）　本品 0.1 g を硫酸 2 mL に溶かし，硝酸カリウム 5 ～ 6 mg を加えて振り混ぜ，10 分間放置するとき，液は黄色又は黄褐色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　175 ～ 179 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）　フェニルバルビツール酸　本品 1.0 g にエタノール（95）5 mL を加え，3 分間煮沸して溶かすとき，液は澄明である．

（6）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色に変わるときとする．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL にエタノール（95）22 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　＝ 23.22 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯 法 容 器　密閉容器．

フェノバルビタール散 10%

10% Phenobarbital Powder

フェノバルビタール散

本品は定量するとき，フェノバルビタール（$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製　法

フェノバルビタール	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 5 g にヘキサン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を水浴上で乾燥し，クロロホルム 30 mL ずつで 4 回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は 174 ～ 179 ℃ である．また，このものにつき，「フェノバルビタール」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

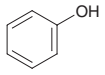
定 量 法　本品約 10 g を精密に量り，共栓フラスコにとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（10：1）100 mL を正確に加え，密栓して振り混ぜ，30 分間放置した後，共栓遠心沈殿管に入れ遠心分離する．上澄液 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，以下「フェノバルビタール」の定

量法を準用する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 23.22 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯　法　容　　器　密閉容器．

フェノール
Phenol
石炭酸



C_6H_6O：94.11
Phenol ［*108-95-2*］

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～わずかに赤色の結晶又は結晶性の塊で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．

本品 10 g に水 1 mL を加えるとき，液状となる．

本品は光又は空気によって徐々に赤色を経て暗赤色となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

凝固点：約 40 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10000）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

純度試験

（1） 溶状及び液性　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かすとき，液は澄明で，中性又はわずかに酸性を呈し，メチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 蒸発残留物　本品約 5 g を精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.05 % 以下である．

定 量 法　本品約 1.5 g を精密に量り，水に溶かし正確に 1000 mL とし，この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間しばしば振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，クロロホルム 1 mL を加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

液状フェノール
Liquefied Phenol
液状石炭酸

本品は「フェノール」に，その 10 % に相当する「常水」又は「精製水」を加えて液状にしたものである．

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）88.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又はわずかに赤色を帯びた液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又はグリセリンと混和する．

本品とグリセリンの等容量混液は水と混和する．

本品は光又は空気によって徐々に暗赤色となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

比重　d_{20}^{20}：約 1.065

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10000）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

沸　点〈*2.57*〉　182 ℃ 以下．

純度試験

（1） 溶状及び液性　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かすとき，液は澄明で，中性又はわずかに酸性を呈し，メチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 蒸発残留物　本品約 5 g を精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.05 % 以下である．

定 量 法　本品約 1.7 g を精密に量り，水に溶かし正確に 1000 mL とし，この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間しばしば振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，クロロホルム 1 mL を加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

消毒用フェノール
Phenol for Disinfection
消毒用石炭酸

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～わずかに赤色の結晶，結晶の塊又はこれらを含む液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

本品 10 g に水 1 mL を加えるとき，液状となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

凝固点：約 30 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10000）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 15 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 蒸発残留物 本品約 5 g を精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.10 % 以下である．

定量法 本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし正確に 1000 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

フェノール水

Phenolated Water

石炭酸水

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）1.8 ～ 2.3 w/v% を含む．

製法

液状フェノール	22 mL
常水又は精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性状 本品は無色澄明の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1） 本品 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けてなくなる．

定量法 本品 2 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 25 mL を加え，次に正確に 0.05 mol/L 臭素液 40 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯法 容器 気密容器．

消毒用フェノール水

Phenolated Water for Disinfection

消毒用石炭酸水

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）2.8 ～ 3.3 w/v% を含む．

製法

消毒用フェノール	31 g
常水又は精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性状 本品は無色澄明の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1） 本品 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL につき，「消毒用フェノール」の確認試験（2）を準用する．

定量法 本品 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「消毒用フェノール」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯法 容器 気密容器．

フェノール・亜鉛華リニメント

Phenol and Zinc Oxide Liniment

カチリ

製法

液状フェノール	22 mL
トラガント末	20 g
カルメロースナトリウム	30 g
グリセリン	30 mL
酸化亜鉛	100 g
精製水	適量
全量	1000 g

「液状フェノール」，「グリセリン」及び「精製水」を混和し，「トラガント末」を少量ずつかき混ぜながら加えて，一夜放置し，これに「カルメロースナトリウム」を少量ずつかき混ぜながら加えてのり状とし，「酸化亜鉛」を少量ずつ加え，リニメント剤の製法により製する．ただし，「トラガント末」及び「カルメロースナトリウム」のそれぞれ 5 g 以

内の量を互いに増減して，全量 50 g とすることができる．

性　状　本品は白色ののり状で，わずかにフェノールのにおいがある．

確認試験

（1）　本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に希水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，よく振り混ぜて水層を分取する．水層 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（2）　本品 1 g を磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（3）　本品 0.5 g に水 1 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にフェノール 0.01 g をクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（50：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

貯 法 容　器　気密容器．

歯科用フェノール・カンフル

Dental Phenol with Camphor

製　法

フェノール	35 g
d–又は *dl*–カンフル	65 g
全　量	100 g

「フェノール」を加温して溶かし，これに「*d*–カンフル」又は「*dl*–カンフル」を加え，混和して製する．

性　状　本品は無色～淡赤色の液で，特異なにおいがある．

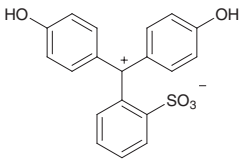
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　器　気密容器．

フェノールスルホンフタレイン

Phenolsulfonphthalein



$C_{19}H_{14}O_5S$：354.38

2–[Bis(4–hydroxyphenyl)methyliumyl]benzenesulfonate

[*143–74–8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は鮮赤色～暗赤色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 5 mg を水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴に溶かし，0.05 mol/L 臭素液 2 mL 及び希硫酸 1 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置した後，水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，液は濃青紫色を呈する．

（2）本品 0.01 g に薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 10）を加えて溶かし，200 mL とする．この液 5 mL をとり，薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 10）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　不溶物　本品約 1 g を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 40）20 mL を加え，しばしば振り混ぜて 1 時間放置した後，水を加えて 100 mL とし，24 時間放置する．不溶物を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）25 mL で 1 回及び水 5 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，残留物は 0.2 % 以下である．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g を希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，*t*–アミルアルコール/酢酸（100）/水混液（4：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをアンモニア蒸気中に放置した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）30 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．これに正確に 0.05

mol/L 臭素液 50 mL を加え，更に塩酸 10 mL を速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜて 5 分間放置し，次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓して 1 分間穏やかに振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 4.430 mg $C_{19}H_{14}O_5S$

貯　法　容　器　密閉容器．

フェノールスルホンフタレイン注射液
Phenolsulfonphthalein Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$：354.38）0.54 ～ 0.63 w/v% を含む．

製　法

フェノールスルホンフタレイン	6 g
塩化ナトリウム	9 g
炭酸水素ナトリウム	1.43 g
（又は水酸化ナトリウム	0.68 g）
注射用水	適 量
全　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品はだいだい黄色～赤色澄明の液である．

確認試験　本品 1 mL に水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加え，以下「フェノールスルホンフタレイン」の確認試験（1）を準用する．

pH〈2.54〉　6.0 ～ 7.6

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

感　度　本品 1.0 mL に水 5 mL を加えた液 0.20 mL をとり，これに新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は濃赤紫色を呈する．また，0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を追加するとき，液の色は淡黄色に変わる．

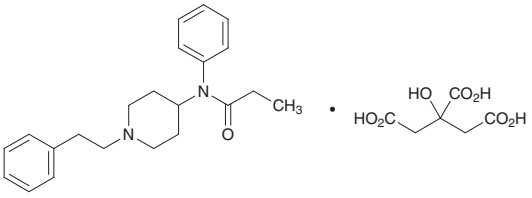
定 量 法　本品 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用フェノールスルホンフタレインをデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 559 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用フェノールスルホンフタレインの秤取量（mg）

貯　法　容　器　密封容器．

フェンタニルクエン酸塩
Fentanyl Citrate
クエン酸フェンタニール
クエン酸フェンタニル



$C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$：528.59
N–(1–Phenethylpiperidin–4–yl)–*N*–phenylpropanamide monocitrate ［*990–73–8*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フェンタニルクエン酸塩（$C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.05 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール（95）に溶かし，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はクエン酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融　点〈2.60〉　150 ～ 154 ℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1–ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液か

ら得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.2 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 75 mg を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.57 mg $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$

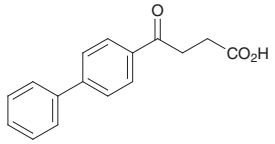
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フェンブフェン

Fenbufen



$C_{16}H_{14}O_3$：254.28

4-(Biphenyl-4-yl)-4-oxobutanoic acid ［*36330-85-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェンブフェン（$C_{16}H_{14}O_3$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，味は苦い．

本品はアセトンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 188 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，硫酸 2 mL を加え，弱く加熱して炭化する．以下，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.1 g を，アセトン 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（80：20：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.3 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，エタノール（99.5）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

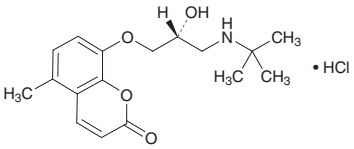
0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 25.43 mg $C_{16}H_{14}O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

ブクモロール塩酸塩

Bucumolol Hydrochloride

塩酸ブクモロール



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$：341.83

8-{(2*RS*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-5-methylchromen-2-one monohydrochloride ［*36556-75-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブクモロール塩酸塩（$C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 228 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かした液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性にするとき，蛍光は消える．更にこの液に希塩酸を加えて酸性とするとき，再び蛍光を発する．

（2） 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 60000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは

同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$(296 nm)：330 ～ 360（乾燥後，40 mg，水，2500 mL）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液混液（30：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

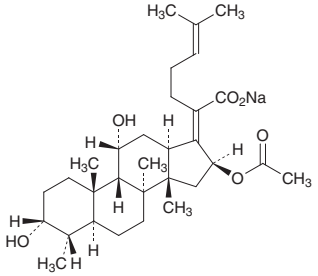
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）45 mL を加え，60 ℃ に加温して溶かし，冷後，無水酢酸 105 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.18 mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

フシジン酸ナトリウム

Sodium Fusidate



$C_{31}H_{47}NaO_6$：538.69

Monosodium (17*Z*)-*ent*-16α-acetoxy-3β,11β-dihydroxy-4β,8β,14α-trimethyl-18-nor-5β,10α-cholesta-17(20),24-dien-21-oate ［*751-94-0*］

本品は，*Fusidium coccineum* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 935 ～ 969 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，フシジン酸（$C_{31}H_{48}O_6$：516.71）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

確認試験

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

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

水 分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

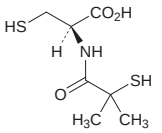
（ii） 培地 培地（1）の 3）の ii を用いる．

（iii） 標準溶液 フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，エタノール（95）2 mL に溶かし，水を加えて正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法
保存条件　遮光して，2 ～ 8 ℃ で保存する．
容　　器　気密容器．

ブシラミン
Bucillamine



$C_7H_{13}NO_3S_2$：223.31
(2*R*)−2−(2−Methyl−2−sulfanylpropanoylamino)−3−sulfanylpropanoic acid
[*65002−17−7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブシラミン（$C_7H_{13}NO_3S_2$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験
（1） 本品の水溶液（1 → 250）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，次にペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．
（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+33.0 ～ +36.5°（乾燥後，2 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 136 ～ 140 ℃

純度試験
（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（3） 類縁物質　本品 60 mg を水/メタノール混液（1：1）20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブシラミンに対する相対保持時間約 2.3 の類縁物質及び相対保持時間約 3.1 の類縁物質のピーク面積は，それぞれ標準溶液のブシラミンのピーク面積の 8/15 及び 2/5 より大きくなく，試料溶液のブシラミン，ブシラミンに対する相対保持時間約 2.3 の類縁物質及び相対保持時間約 3.1 の類縁物質以外のピークの面積は標準溶液のブシラミンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 6.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.01 mol/L クエン酸試液/メタノール混液（1：1）
流量：ブシラミンの保持時間が約 5 分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からブシラミンの保持時間の約 7 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加え，正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たブシラミンのピーク面積が，標準溶液のブシラミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：ブシラミン 0.10 g 及び 4−フルオロ安息香酸 10 mg をメタノール 100 mL に溶かす．この液 10 mL に水を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブシラミン，4−フルオロ安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブシラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），60 ℃，6 時間）．

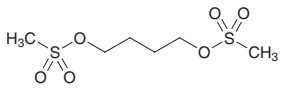
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，メタノール 35 mL に溶かし，水 15 mL を加え，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 11.17 mg $C_7H_{13}NO_3S_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

ブスルファン
Busulfan



$C_6H_{14}O_6S_2$：246.30
Tetramethylenedimethanesulfonate ［*55−98−1*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブスルファン（$C_6H_{14}O_6S_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品はジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液を 5 mL を加え，加熱して溶かし，試料溶液とする．

（i） 試料溶液 7 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤紫色は，青紫色から青色を経て緑色に変わる．

（ii） 試料溶液 7 mL に希硫酸を加えて酸性とした後，過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の色は変化しない．

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

融　点〈*2.60*〉 115 ～ 118 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加熱して溶かし，15 分間氷冷した後，ろ過する．残留物を水 5 mL で洗い，洗液をろ液に合わせ，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，水 40 mL を加え，還流冷却器を付けて 30 分間穏やかに煮沸し，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 12.32 mg $C_6H_{14}O_6S_2$

貯　法

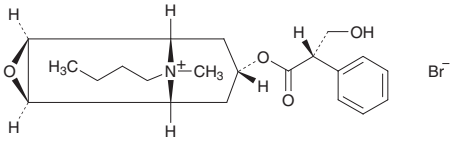
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ブチルスコポラミン臭化物

Scopolamine Butylbromide

臭化ブチルスコポラミン



$C_{21}H_{30}BrNO_4$：440.37

(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Butyl-7-[(2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-9-methyl-3-oxa-9-azoniatricyclo[3.3.1.$0^{2,4}$]nonane bromide ［*149-64-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブチルスコポラミン臭化物（$C_{21}H_{30}BrNO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 140 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 1 mg に発煙硝酸 3 ～ 4 滴を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4） 本品の水溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−18.0 ～ −20.0°（乾燥後，1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 F 0.5 mL に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて 20 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に臭化水素酸スコポラミン 10 mg を移動相に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のスコポラミンのピーク面積は標準溶液（2）のピーク面積より大きくない．また，試料溶液の最初に溶出するピーク並びにスコポラミン及びブチルスコポラミン以外のピーク面積はそれぞれ標準溶液（1）のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を水 370 mL

及びメタノール 680 mL に溶かした後，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.6 に調整する．

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：ブチルスコポラミンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及び臭化水素酸スコポラミン 5 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，ブチルスコポラミンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スコポラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL 及び無水酢酸 30 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.04 mg $C_{21}H_{30}BrNO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ブドウ酒

Wine

本品はブドウ *Vitis vinifera* Linné（*Vitaceae*）又はその他の品変種の果実を発酵して得た果実酒である．

本品は定量するとき，エタノール（C_2H_6O：46.07）11 vol% 以上，14 vol% 未満（比重による）及び酒石酸（$C_4H_6O_6$：150.09）0.10 ～ 0.40 w/v% を含む．

本品は合成甘味料及び合成着色料を含まない．

性 状 本品は淡黄色又は帯赤紫色～赤紫色の液で，特異な芳香があり，味はわずかに渋く，やや刺激性である．

比 重 〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.990 ～ 1.010

旋 光 度 〈2.49〉 本品 160 mL を加熱して沸騰したとき，水酸化カリウム試液を加えて中性とした後，水浴上で加熱濃縮して 80 mL とする．冷後，水を加えて 160 mL とし，次酢酸鉛試液 16 mL を加え，よく振り混ぜてろ過する．ろ液 100 mL に硫酸ナトリウム飽和溶液 10 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 mL を 24 時間放置した後，活性炭 0.5 g を加えて振り混ぜ，密栓して 10 分間放置してろ過する．ろ液につき，層長 200 mm で旋光度を測定する．この旋光度に 1.21 を乗じて本品の旋光度とするとき，−0.3 ～ +0.3 ° である．

純度試験

（1） 総酸〔酒石酸（$C_4H_6O_6$）として〕 本品 10 mL を正確に量り，新たに煮沸して冷却した水 250 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 7.504 mg $C_4H_6O_6$

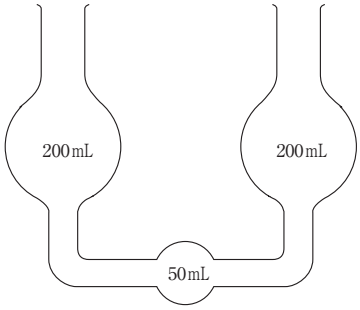
総酸の量は 0.40 ～ 0.80 w/v% である．

（2） 揮発酸〔酢酸（$C_2H_4O_2$：60.05）として〕 本品 100 mL をビーカーにとり，（1）の試験に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量に 1 mL を加えた容量の 1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えてアルカリ性とし，50 mL となるまで水浴上で加熱濃縮する．冷後，水を加えて全量を 100 mL とし，これをあらかじめ塩化ナトリウム 100 g を加えた 1000 mL の蒸留フラスコに入れ，次に水 100 mL でビーカーを洗い，洗液は蒸留フラスコに合わせる．これに L−酒石酸溶液（3 → 20）5 mL を加え，蒸留フラスコ中の液量が増減しないように注意して 45 分間で留液 450 mL を得るまで水蒸気蒸留を行う．留液に水を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 250 mL をとり，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 6.005 mg $C_2H_4O_2$

揮発酸の量は 0.15 w/v% 以下である．

（3） 二酸化イオウ 750 mL の丸底フラスコに 2 孔のある栓をし，その 1 孔にはフラスコの底部にほとんど達するガラス管 A を，他の 1 孔にはフラスコの首のところで終わるガラス管 B を挿入する．B 管はリービッヒ冷却管に連結し，冷却器の先端は下端の内径 5 mm の接続管に，接続管の他端はゴム栓に穴をあけて図のような球付き U 字管に連結する．A 管から過マンガン酸カリウム溶液（3 → 100）で洗った二酸化炭素を通じ，装置内の空気を置換した後，U 字管に，新たに製した薄めたデンプン試液（1 → 5）50 mL 及びヨウ化カリウム 1 g を加え，U 字管の他端からビュレットを用い，0.01 mol/L ヨウ素液 1 ～ 2 滴を加える．二酸化炭素を通じながら蒸留フラスコの栓を少し開き，本品 25 mL を正確に量って加え，更に新たに煮沸して冷却した水 180 mL，タンニン酸 0.2 g 及びリン酸 30 mL を加え，栓を閉じ，更に二酸化炭素を 15 分間通じた後，蒸留フラスコを注意して加熱し，1 分間に留液 40 ～ 50 滴を得るような速度で蒸留する．このとき，U 字管のデンプン試液が脱色したときは，ビュレットから 0.01 mol/L ヨウ素液を滴加し，デンプン試液の呈色が淡青色～青色を常に保つようにする．留液が蒸留し始めてから正確に 60 分間経過したときの 0.01 mol/L ヨウ素液の消費量を読みとる．ただし，0.01 mol/L ヨウ素液 1 滴によるデンプン試液の呈色は 1 分間以上持続するものとする．



0.01 mol/L ヨウ素液 1 mL = 0.6406 mg SO_2

二酸化イオウ（SO_2：64.06）の量は 7.5 mg 以下である．

（4） 総硫酸　本品 10 mL をビーカーにとり，加熱して沸騰させ，塩化バリウム二水和物 5.608 g 及び塩酸 50 mL に水を加えて 1000 mL とした液 50 mL を加え，ふたをし，蒸発する水を補いながら水浴上で 2 時間加熱し，冷後，遠心分離して上澄液を別のビーカーに傾斜し，この液に希硫酸 1 ～ 2 滴を加え，1 時間放置するとき，白色の沈殿を生じる．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固した後，残留物につき，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（0.2 ppm 以下）．

（6） グリセリン　本品 100 mL を正確に量り，150 mL の磁製皿に入れ，水浴上で加熱濃縮して 10 mL とし，海砂（1 号）1 g を加えて混ぜ，水酸化カルシウム 4 g に水 6 mL を加えた混合物を加えて強アルカリ性とし，絶えずかき混ぜて皿の内側に生じる付着物をはがしながら水浴上で蒸発し，軟塊とする．冷後，エタノール（99.5）5 mL を加えてすり混ぜ，かゆ状とする．これを水浴上で加熱し，かき混ぜながらエタノール（99.5）10 ～ 12 mL を加え，加熱して沸騰させ，100 mL のメスフラスコに移し，熱エタノール（99.5）10 mL で 7 回洗い，洗液はメスフラスコに加え，冷後，更にエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．ろ液 90 mL をとり，水浴上で沸騰しないように加熱して蒸発し，残留物をエタノール（99.5）少量に溶かし，50 mL の共栓メスシリンダーに入れ，エタノール（99.5）少量で数回洗い，洗液をフラスコに加えて 15 mL とする．これに無水ジエチルエーテル 7.5 mL ずつを 3 回加え，毎回強く振り混ぜて放置し，液が全く澄明となったとき，平たいはかり瓶に注入する．メスシリンダーは無水ジエチルエーテル/エタノール（99.5）混液（3：2）5 mL で洗い，洗液ははかり瓶に移し，水浴上で注意して加熱して蒸発し，液が粘稠となったとき，105 ℃ で 1 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，質量を量る．その量は 0.45 ～ 0.90 g である．

（7） 還元糖　旋光度の試料溶液 25 mL を正確に量り，沸騰フェーリング試液 50 mL に加え，更に正確に 2 分間煮沸する．析出した沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ取し，熱湯，エタノール（95）及びジエチルエーテルで順次洗い，更に吸引しながら乾燥した後，ろ過管を初め弱く，次に強く加熱し，沈殿が全く黒色になったとき，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，質量を量り，酸化銅（Ⅱ）の量とする．その量は 0.325 g 以下である．

（8） ショ糖　旋光度の試料溶液 50 mL をとり，100 mL のフラスコに入れ，薄めた塩酸（1 → 30）を加えて中性とし，更に薄めた塩酸（1 → 30）5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱し，冷後，水酸化カリウム溶液（1 → 100）を加えて中性とし，炭酸ナトリウム試液 4 滴を加え，100 mL のメスフラスコにろ過し，水で洗い，ろ液，洗液及び水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，沸騰フェーリング試液 50 mL に加え，以下（7）と同様に操作して質量を量り，酸化銅（Ⅱ）の量とする．この酸化銅（Ⅱ）の量（g）に 2 を乗じた数から（7）の酸化銅（Ⅱ）の量（g）を減じ，これに 1.2 を乗じた数は 0.104（g）以下である．

（9） 安息香酸，ケイヒ酸又はサリチル酸　（2）の試料溶液 50 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，塩化ナトリウム 10 g 及び希塩酸 2 mL を加えた後，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 3 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL ずつで 3 回抽出する．アルカリ抽出液を合わせ，水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発し，冷後，1 mol/L 塩酸で中和した後，塩化カリウム・塩酸緩衝液 5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 220 ～ 340 nm における吸光度は 0.15 以下である．

(10) ホウ酸　本品 50 mL を磁製皿にとり，これに炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，強熱する．残留物の半量はホウ酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈しない．また，残りの半量を塩酸 5 mL に溶かすとき，液はホウ酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈しない．

(11) メタノール　アルコール数測定法〈*1.01*〉の第 1 法により操作して得たエタノール層 1 mL を正確に量り，メタノール試験法〈*1.12*〉により試験を行うとき，これに適合する．ただし，炭酸カルシウム 0.5 g を加えて振り混ぜ，水を加えないで蒸留する．

(12) ホルムアルデヒド　本品 25 mL に塩化ナトリウム 5 g 及び L-酒石酸 0.2 g を加えて蒸留し，留液 15 mL を得る．留液 5 mL にアセチルアセトン試液 5 mL を混和し，水浴中で 10 分間加熱するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：留液の代わりに水 5 mL を用い，以下同様に操作する．

エキス含量　1.9 ～ 3.5 w/v% ．本品 25 mL を，105 ℃ で 2.5 時間乾燥した海砂（1 号）10 g の入った質量既知の 200 mL のビーカーに正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 2 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，質量を量る．

灰　分　0.13 ～ 0.40 w/v% ．本品 50 mL を正確に量り，質量既知の磁製皿に入れ，水浴上で蒸発乾固し，更に恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量る．

定 量 法

（1） エタノール　本品を 15 ℃ において 100 mL のメスフラスコに正確に量り，300 ～ 500 mL のフラスコに移し，このメスフラスコを水 15 mL ずつで 2 回洗い，洗液をフラスコの試料に加え，フラスコにしぶき止めの付いた蒸留管を連結し，受器にはそのメスフラスコを用い，蒸留する．留液約 80 mL（所要時間は 20 分前後）を得たとき，蒸留を止め，15 ℃ の水中に 30 分間放置した後，15 ℃ で水を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜた後，比重及び密度測定法第 3 法〈*2.56*〉により，15 ℃ における比重を測定するとき，比重 d_{15}^{15} は 0.982 ～ 0.985 である．

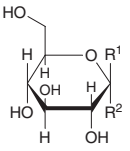
（2） 酒石酸　本品 100 mL を正確に量り，酢酸（100）2 mL，酢酸カリウム溶液（1 → 5）0.5 mL 及び塩化カリウムの粉末 15 g を加え，激しくかき混ぜてできるだけ溶かした後，エタノール（95）10 mL を加え，1 分間ビーカーの内壁を強くこすり，結晶を析出させ，0 ～ 5 ℃ に 15 時

間以上放置する．結晶を吸引ろ取し，塩化カリウムの粉末 15 g を薄めたエタノール（1 → 6）120 mL に溶かした溶液 3 mL でビーカー及び結晶を順次洗う．この操作を 5 回繰り返し，結晶をろ紙と共に先のビーカーに移し，ろ過器を熱湯 50 mL で洗い，洗液をビーカーに合わせ，加熱して結晶を溶かし，直ちに 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）．滴定数（mL）に 0.75 を加えて 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）とする．

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 30.02 mg $C_4H_6O_6$

貯 法 容 器 気密容器.

ブドウ糖
Glucose



α-D-グルコピラノース：R^1=H, R^2=OH
β-D-グルコピラノース：R^1=OH, R^2=H

$C_6H_{12}O_6$：180.16
D-Glucopyranose ［*50-99-7*］

本品は，α-D-グルコピラノース，β-D-グルコピラノース又はその混合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ブドウ糖［D-グルコピラノース（$C_6H_{12}O_6$）］99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 溶状 本品 25 g を水 30 mL を入れたネスラー管に加え，60 ℃ の水浴中で加温して溶かす．冷後，水を加えて 50 mL とするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 酸 本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（4 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，更に濃縮して 5 mL とする．冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（7） デキストリン 本品 1.0 g にエタノール（95）20 mL を加え，還流冷却器を付け，煮沸するとき，液は澄明である．

（8） 溶性でんぷん又は亜硫酸塩 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は黄色を呈する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 10 g を精密に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水に溶かし，正確に 100 mL とし，30 分間放置した後，旋光度測定法〈2.49〉により 20 ± 1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

ブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）= $\alpha_D \times 1895.4$

貯 法 容 器 気密容器.

ブドウ糖注射液
Glucose Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$：180.16）を含む．

製 法 本品は「ブドウ糖」をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，味は甘い．ただし，表示濃度が 40 % 以上のとき，色調は無色～微黄色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「ブドウ糖」0.1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えるか，又は水浴上で濃縮して 2 mL とし，この液 2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

pH〈2.54〉 3.5 ～ 6.5 ただし，表示濃度が 5 % を超えるときは，水を用いて 5 % 溶液を調製し，この液につき，試験を行う．

純度試験 5-ヒドロキシメチルフルフラール類 本品の表示量に従い「ブドウ糖」2.5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 284 nm における吸光度は 0.80 以下である．

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mL 未満.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜて 30 分間放置した後，

旋光度測定法〈2.49〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

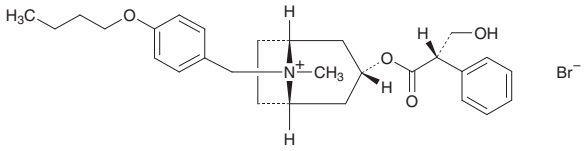
ブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）= α_D × 1895.4

貯　法　容　　器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

ブトロピウム臭化物

Butropium Bromide

臭化ブトロピウム



$C_{28}H_{38}BrNO_4$：532.51

(1*R*,3*r*,5*S*)-8-(4-Butoxybenzyl)-3-[(2*S*)-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-methyl-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide　[*29025-14-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブトロピウム臭化物（$C_{28}H_{38}BrNO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテル又は無水酢酸にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を *N*，*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：−14.0 ～ −17.0°（乾燥後，0.5 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をエタノール（95）40 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.5 のピーク面積は標準溶液のピーク面積の 1/4 より大きくない．また，試料溶液の最初に溶出するピーク，ブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.5 のピーク及びブトロピウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のブトロピウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.15 g をアセトニトリル/0.005 mol/L 硫酸混液（3：2）1000 mL に溶かす．

流量：ブトロピウムの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.50 g をとり，エタノール（99.5）9 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて溶かし，70 ℃ で 15 分間加熱する．冷後，この液 1 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブトロピウムのピークとブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.7 のピークとの分離度が 2.5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たブトロピウムのピーク高さが 10 ～ 30 mm になるように調整する．

面積測定範囲：ブトロピウムの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 100 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 53.25 mg $C_{28}H_{38}BrNO_4$

貯　法

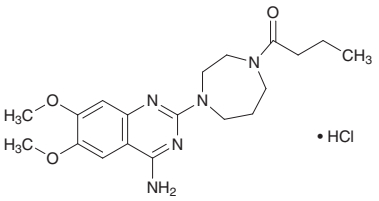
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ブナゾシン塩酸塩

Bunazosin Hydrochloride

塩酸ブナゾシン



$C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl：409.91

4-Amino-2-(4-butanoyl-1,4-diazepan-1-yl)-6,7-dimethoxyquinazoline monohydrochloride ［*72712-76-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブナゾシン塩酸塩（$C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 273 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，直火で加熱して 3 分間沸騰するとき，酪酸臭を発する．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブナゾシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブナゾシンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.44 g に水を加えて溶かし，酢酸（100）10 mL 及びアセトニトリル 500 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：ブナゾシンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液/塩酸プロカインの移動相溶液（1 → 20000）混液（1：1）20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，ブナゾシンの順に溶出し，その分離度が 3.0 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たブナゾシンのピーク高さがフルスケールの 20 ～ 60 % になるように調整する．

面積測定範囲：ブナゾシンの保持時間の約 6 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 6 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 20 分間加熱する．冷後，酢酸（100）20 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.99 mg $C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl

貯　法

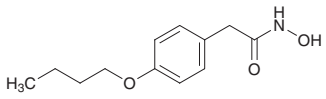
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ブフェキサマク

Bufexamac

ブフェキサマック



$C_{12}H_{17}NO_3$：223.27

2-(4-Butyloxyphenyl)-*N*-hydroxy acetamide ［*2438-72-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 162 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は暗赤色を呈する．

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

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

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g をエタノール（95）20 mL に溶

かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製し，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後，110 ℃ で約 30 分間乾燥する．これに試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつをスポットする．次にクロロホルム/シクロヘキサン/メタノール/酢酸（100）混液（6：4：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液 1 mL
= 22.33 mg $C_{12}H_{17}NO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

ブフェキサマククリーム

Bufexamac Cream

ブフェキサマク乳剤性軟膏

ブフェキサマッククリーム

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$：223.27）を含む．

製 法 本品は「ブフェキサマク」をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は白色である．

pH：4.0 ～ 6.0

確認試験 本品の表示量に従い「ブフェキサマク」0.05 g に対応する量をとり，テトラヒドロフラン 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマク 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後，110 ℃ で約 30 分間乾燥する．これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする．次にペンタン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（7：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

定 量 法 本品のブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 40 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマクを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）の量（mg） = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ブフェキサマクの秤取量（mg）

内標準溶液 ジフェニルイミダゾールのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1−オクタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.6 g を水 850 mL に溶かし，メタノール 400 mL，アセトニトリル 400 mL 及び酢酸（100）8 mL を加える．

流量：ブフェキサマクの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブフェキサマク，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ブフェキサマク軟膏

Bufexamac Ointment

ブフェキサマック軟膏

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応する

ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$：223.27）を含む．

製　法　本品は「ブフェキサマク」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ブフェキサマク」0.05 g に対応する量をとり，テトラヒドロフラン 5 mL を加えてよく振り混ぜた後，更にエタノール（99.5）5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマク 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後，110 ℃ で約 30 分間乾燥する．これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする．次にペンタン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（7：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

定 量 法　本品のブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL を加え，40 ℃ に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，ろ過する．更に必要ならば孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマクを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ブフェキサマクの秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルイミダゾールのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.6 g を水 850 mL に溶かし，メタノール 400 mL，アセトニトリル 400 mL 及び酢酸（100）8 mL を加える．

流量：ブフェキサマクの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブフェキサマク，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

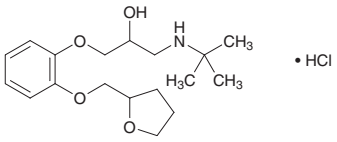
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

ブフェトロール塩酸塩

Bufetolol Hydrochloride

塩酸ブフェトロール



$C_{18}H_{29}NO_4$・HCl：359.89

1-(1,1-Dimethylethyl)amino-3-[2-(tetrahydrofuran-2-ylmethoxy)phenoxy]propan-2-ol monohydrochloride

[*35108-88-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブフェトロール塩酸塩（$C_{18}H_{29}NO_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

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

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

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　153 ～ 157 ℃

純度試験

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

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（40：20：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

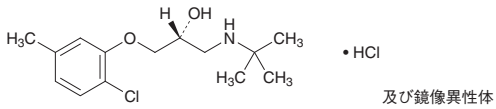
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.99 mg $C_{18}H_{29}NO_4$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

ブプラノロール塩酸塩

Bupranolol Hydrochloride

塩酸ブプラノロール



及び鏡像異性体

$C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl：308.24

(2*RS*)-3-(2-Chloro-5-methylphenoxy)-1-(1,1-dimethylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

［*15148-80-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブプラノロール塩酸塩（$C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 1000 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.2 である．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を試験管にとり，ヨウ化カリウム 25 mg 及びシュウ酸二水和物 25 mg を加えて混ぜ合わせ，2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（95）溶液（1 → 100）で潤したろ紙を試験管の口に当て数分間弱く加熱する．このろ紙をアンモニアガスに接触するとき青色を呈する．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4） 本品の水溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1\,cm}$（275 nm）：57 ～ 60（乾燥後，50 mg，0.1 mol/L 塩酸試液，500 mL）．

融 点〈2.60〉 223 ～ 226 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 15 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸　本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 15 mL に溶かし，メチルレッド試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤色を呈する．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05 mL を加えるとき，液の色は黄色に変わる．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.168 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質　本品 0.30 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用ポリアミド（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）/水混液（16：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

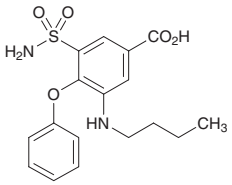
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.18 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（2：1）60 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.82 mg $C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl

貯 法 容 器 密閉容器．

ブメタニド

Bumetanide



$C_{17}H_{20}N_2O_5S$：364.42

3-Butylamino-4-phenoxy-5-sulfamoylbenzoic acid

［*28395-03-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブメタニド（$C_{17}H_{20}N_2O_5S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化カリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えて振り混ぜ，更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡青色を呈する．

（2）　本品 0.04 g を pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　232 ～ 237 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 50 mg に水酸化カリウム溶液（1 → 30）2 mL 及び水 8 mL を加えて溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液それぞれ 0.5 mL ずつを正確に量り，混和し，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g に硝酸カリウム 0.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.2 g を加えてよく混和した後，少量ずつ赤熱した白金るつぼに入れ，反応が終わるまで赤熱する．冷後，残留物に希硫酸 14 mL 及び水 6 mL を加え，5 分間煮沸した後，ろ過し，残留物は水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸（100）/シクロヘキサン/メタノール混液（32：4：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 36.44 mg $C_{17}H_{20}N_2O_5S$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

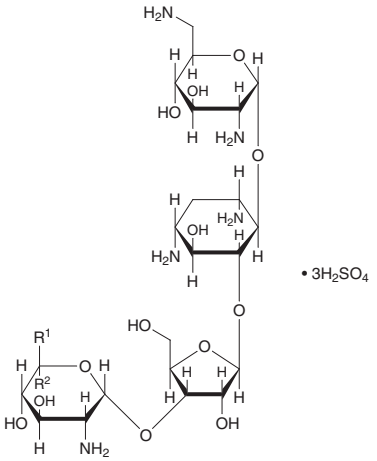
フラジオマイシン硫酸塩

Fradiomycin Sulfate

ネオマイシン硫酸塩

硫酸ネオマイシン

硫酸フラジオマイシン



フラジオマイシン B : R^1=H　R^2=CH_2NH_2

フラジオマイシン C : R^1=CH_2NH_2　R^2=H

$C_{23}H_{46}N_6O_{13}$・$3H_2SO_4$：908.88

フラジオマイシン B 硫酸塩

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-β-L-idopyranosyl-(1→3)-β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate [*119-04-0*，ネオマイシン B]

フラジオマイシン C 硫酸塩

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→3)-β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate [*66-86-4*，ネオマイシン C]

[*1405-10-3*，ネオマイシン硫酸塩]

本品は，*Streptomyces fradiae* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1 mg 当たり 623 ～ 740 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，フラジオマイシン（$C_{23}H_{46}N_6O_{13}$：614.64）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びフラジオマイシン硫酸塩標準品 50 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）/ジクロロメタン混液（3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+53.5 ～ +59.0°（乾燥物に換算したもの 1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品　1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.63 g を水 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）/ジクロロメタン混液（3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た R_f 値 0.4 のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 % 以下（0.2 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ⅱ）　種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地

ブドウ糖	1.0 g
ペプトン	6.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（ⅲ）　標準溶液　フラジオマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品を乾燥し，その約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L

リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料液とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

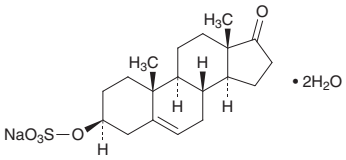
容　　器　気密容器．

プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物

Sodium Prasterone Sulfate Hydrate

プラステロン硫酸エステルナトリウム

プラステロン硫酸ナトリウム



$C_{19}H_{27}NaO_5S \cdot 2H_2O$：426.50

Monosodium 17-oxoandrost-5-en-3β-yl sulfate dihydrate

［*1099-87-2*，無水物］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，プラステロン硫酸エステルナトリウム（$C_{19}H_{27}NaO_5S$：390.47）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

融点：約 160 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をエタノール（95）4 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 8）2 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

（2）　本品の水溶液（1 → 200）10 mL に臭素試液 0.5 mL を加えるとき，試液の色は直ちに消える．

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

（4）　本品の水溶液（1 → 200）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+10.7 ～ +12.1°（乾燥物に換算したもの 0.73 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.25 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g にアセトン 20 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.2 g に水 20 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過する．ろ液 10 mL をとり，アセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.032 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水混液（75：22：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸/エタノール（95）混液（1：1）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 ～ 9.0 %（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

定量法　本品約 0.25 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）5 mL を用いて調製した直径 10 mm のカラムに入れ，1 分間に 4 mL の流速で流出させる．次に水 100 mL でカラムを洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

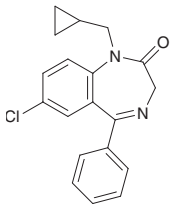
0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 19.52 mg $C_{19}H_{27}NaO_5S$

貯　法　容　　器　気密容器．

プラゼパム

Prazepam



$C_{19}H_{17}ClN_2O$：324.80

7-Chloro-1-(cyclopropylmethyl)-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*2955-38-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，灰青色の蛍光を発する．

（2）　本品 0.01 g を硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）1000 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　145 ～ 148 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　（1）のろ液 20 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.40 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.48 mg $C_{19}H_{17}ClN_2O$

貯 法 容 器　気密容器．

プラゼパム錠

Prazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するプラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$：324.80）を含む．

製　法　本品は「プラゼパム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「プラゼパム」0.05 g に対応する量をとり，アセトン 25 mL を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を硫酸 3 mL に溶かす．この液につき，「プラゼパム」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「プラゼパム」0.02 g に対応する量をとり，硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）200 mL を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液 5 mL に硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 241 ～ 245 nm，283 ～ 287 nm 及び 363 ～ 367 nm に吸収の極大を示し，263 ～ 267 nm 及び 334 ～ 338 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液は 0.1 mol/L 塩酸試液 900 mL を用い，回転バスケット法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）約 5 μg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用プラゼパムを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて振り混ぜ，必要ならば超音波処理して溶かし，さらに，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて

正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (90 / C)$

W_S：定量用プラゼパムの秤取量（mg）
C：1 錠中のプラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）の表示量（mg）

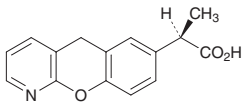
定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，アセトン 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．同様の操作をアセトン 30 mL ずつを用いて 2 回繰り返し，全上澄液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物を無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 6.496 mg $C_{19}H_{17}ClN_2O$

貯 法 容 器　気密容器．

プラノプロフェン

Pranoprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}NO_3$：255.27
(2*RS*)-2-(10*H*-9-Oxa-1-azaanthracen-6-yl)propanoic acid
[*52549-17-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プラノプロフェン（$C_{15}H_{13}NO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 30）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を 1 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 10 mL をとり，水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈2.60〉　186 ～ 190 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品 0.5 g にメタノール 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラノプロフェン以外のピークの面積はそれぞれ標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 7.02 g を水 1000 mL に溶かし，過塩素酸を用いて pH を 2.5 に調整する．この液 2 容量にアセトニトリル 1 容量を加える．

流量：プラノプロフェンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg ずつを移動相 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プラノプロフェン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度が 2.1 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たプラノプロフェンのピーク高さが 10 ～ 20 mm になるように調整する．

面積測定範囲：プラノプロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.53 mg $C_{15}H_{13}NO_3$

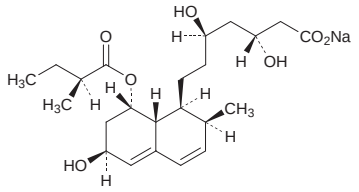
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

プラバスタチンナトリウム

Pravastatin Sodium



$C_{23}H_{35}NaO_7$：446.51

Monosodium (3*R*,5*R*)-3,5-dihydroxy-7-{(1*S*,2*S*,6*S*,8*S*,8a*R*)-6-hydroxy-2-methyl-8-[(2*S*)-2-methylbutanoyloxy]-1,2,6,7,8,8a-hexahydronaphthalen-1-yl}heptanoate

[*81131-70-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物に対し，プラバスタチンナトリウム（$C_{23}H_{35}NaO_7$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール (99.5) にやや溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2970 cm^{-1}，2880 cm^{-1}，1727 cm^{-1} 及び 1578 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3）本品 50 mg をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にプラバスタチン 1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品 24 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/酢酸 (100) 混液 (80：16：1) を展開溶媒として約 8 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+153 ～ +159°（脱水及び脱溶媒物に換算したもの 0.1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 7.2 ～ 8.2 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g を水/メタノール混液（11：9）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 10 mL を正確に量り，水/メタノール混液（11：9）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（11：9）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積より大きくない．試料溶液及び標準溶液は 15 ℃ 以下に保存する．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプラバスタチンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（11：9）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たプラバスタチンのピーク面積が，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：プラバスタチンナトリウム 5 mg を水/メタノール混液（11：9）50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プラバスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3500 段以上，1.6 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プラバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，水/メタノール混液（11：9）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（11：9）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にプラバスタチン 1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品（別途 0.5 g につき，容量滴定法，直接滴定により水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，水/メタノール混液（11：9）に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（11：9）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プラバスタチンナトリウム（$C_{23}H_{35}NaO_7$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 4 \times 1.0518$

W_S：脱水物に換算したプラバスタチン 1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの水/メタノール混液（11：9）溶液（3 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/酢酸（100）/トリエチルアミン混液（550：450：1：1）

流量：プラバスタチンの保持時間が約 21 分になるように調整する．

システム適合性

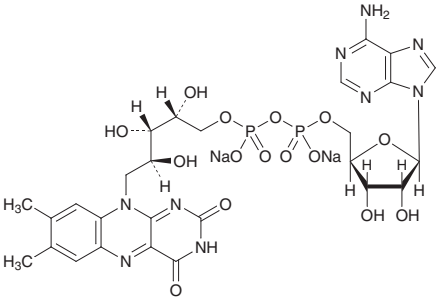
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

Flavin Adenine Dinucleotide Sodium



$C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$：829.51

Disodium adenosine 5′-[(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-trihydroxypentyl diphosphate]　[*84366-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム（$C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$）93.0 % 以上を含む．

性　状　本品はだいだい黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，メタノール，エタノール（95），エチレングリコール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

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

（3）　本品 0.1 g に硝酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に強熱する．残留物に薄めた硝酸（1 → 50）10 mL を加えて 5 分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過するとき，液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−21.0 ～ −25.5°（脱水物に換算したもの 0.3 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液はだいだい黄色澄明である．

（2）　遊離リン酸　本品約 20 mg を精密に量り，水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にリン酸標準液 2 mL を正確に量り，水 10 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに薄めた過塩素酸（100 → 117）2 mL を加え，七モリブデン酸六アンモニウム試液 1 mL 及び塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液 2 mL を加えて振り混ぜ，水を加えて正確に 25 mL とし，20±1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 730 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 0.25 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の量（%）

$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 5.16$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g を移動相 200 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A 及びそれ以外のピークの合計面積 S を自動積分法により測定するとき，$S/(A+S)$ は 0.10 以下である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相，流量及び面積測定範囲は定量法（1）操作法（ii）の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

システム適合性

システムの性能は定量法（1）操作法（ii）のシステム

適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 20 μL から得たフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が，試料溶液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉　水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）50 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に本品約 0.1 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，10 分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は 10.0 % 以下である．

定 量 法

（1）　操作法

（i）　総フラビン量　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.1 g を水 200 mL に溶かす．この液 5 mL を正確に量り，塩化亜鉛試液 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 100）200 mL に加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 500 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 450 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

総フラビン量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S) \times (4 / 5)$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

（ii）　フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比　本品 0.1 g を水 200 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A 及びそれ以外のピークの合計面積 S を求める．

フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比
$= 1.08A / (1.08A + S)$

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：450 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（1 → 500）/メタノール混液（4：1）

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間の約 4.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びリン酸リボフラビンナトリウム 20 mg ずつを水 100 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチド，リン酸リボフラビンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2）　計算式

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム
($C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$) の量（mg）
$= f_T \times f_R \times 2.2040$

f_T：操作法（i）より得られる本品中の総フラビン量（mg）

f_R：操作法（ii）より得られる本品中のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比

貯　法

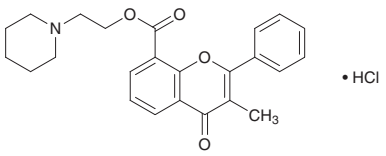
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フラボキサート塩酸塩

Flavoxate Hydrochloride

塩酸フラボキサート



$C_{24}H_{25}NO_4$・HCl：427.92

2-(Piperidin-1-yl)ethyl 3-methyl-4-oxo-2-phenyl-4*H*-chromene-8-carboxylate monohydrochloride ［*3717-88-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フラボキサート塩酸塩（$C_{24}H_{25}NO_4$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 80 mg をとり，クロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

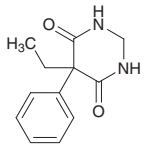
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL 及びアセトニトリル 40 mL を加えて溶かした後，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.79 mg $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

プリミドン

Primidone



$C_{12}H_{14}N_2O_2$：218.25

5-Ethyl-5-phenyl-2,3-dihydropyrimidine-4,6(1*H*,5*H*)-dione

［*125-33-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プリミドン（$C_{12}H_{14}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，ピリジンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を薄めた硫酸（1 → 2）5 mL と加熱するとき，ホルムアルデヒド臭を発する．

（2） 本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.2 g を混ぜ，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

融 点〈2.60〉 279 ～ 284 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 本品 0.10 g をピリジン 2 mL に溶かし，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更にビストリメチルシリルアセトアミド 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，100 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，ピリジンを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に 2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 50 mg をピリジンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，以下本品と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対する 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液 ステアリルアルコールのピリジン溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 150 cm のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したもの

を充てんする．

カラム温度：195 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ステアリルアルコールの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-エチル-2-フェニルマロンジアミド，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びプリミドン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれに 20 mL のエタノール（95）を加え，加温して溶かす．冷後，エタノール（95）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 257 nm 付近の吸収極大波長における吸光度 A_1 並びに波長 254 nm 及び 261 nm 付近の吸収極小波長における吸光度 A_2 及び A_3 を測定する．

プリミドン（$C_{12}H_{14}N_2O_2$）の量（mg）

$= W_S \times \{(2A_1 - A_2 - A_3)_T / (2A_1 - A_2 - A_3)_S\}$

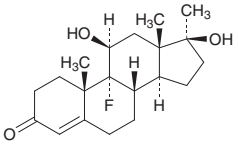
W_S：プリミドン標準品の秤取量（mg）

ただし，$(2A_1 - A_2 - A_3)_T$ は試料溶液についての，$(2A_1 - A_2 - A_3)_S$ は標準溶液についての値である．

貯　法　容　　器　気密容器．

フルオキシメステロン

Fluoxymesterone



$C_{20}H_{29}FO_3$：336.44

9-Fluoro-11β,17β-dihydroxy-17-methylandrost-4-en-3-one

［*76-43-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオキシメステロン（$C_{20}H_{29}FO_3$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオキシメステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオキシメステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びフルオキシメステロン標準品をそれぞれエタノール（99.5）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+104 ～ +112°（乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.03 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/エタノール（95）/酢酸エチル混液（3：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びフルオキシメステロン標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオキシメステロン（$C_{20}H_{29}FO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオキシメステロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　メチルプレドニゾロンのクロロホルム/メタノール混液（19：1）溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：塩化 *n*-ブチル/水飽和塩化 *n*-ブチル/テトラヒドロフラン/メタノール/酢酸（100）混液（95：95：14：7：6）

流量：フルオキシメステロンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルオキシメステロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

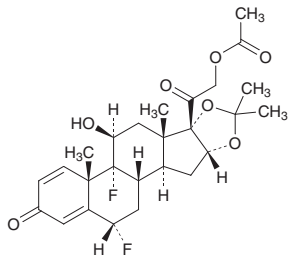
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

フルオシノニド

Fluocinonide



$C_{26}H_{32}F_2O_7$：494.52

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate ［*356-12-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオシノニド（$C_{26}H_{32}F_2O_7$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール（95）又は酢酸エチルに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g に水 4 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオシノニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれを酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+81 ～ +89°（乾燥後，0.2 g，クロロホルム，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をクロロホルム 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（97：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 8 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオシノニド（$C_{26}H_{32}F_2O_7$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオシノニド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：フルオシノニドの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルオシノニド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

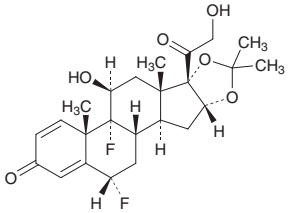
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　密閉容器．

フルオシノロンアセトニド

Fluocinolone Acetonide



$C_{24}H_{30}F_2O_6$：452.49

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione

[*67-73-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオシノロンアセトニド（$C_{24}H_{30}F_2O_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）又はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）又はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：266 ～ 274 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びフルオシノロンアセトニド標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+98 ～ +108°（乾燥後，0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 15 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルオシノロンアセトニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水飽和クロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（200：3：2）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルオシノロンアセトニドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たフルオシノロンアセトニドのピーク面積が，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びトリアムシノロンアセトニド 15 mg ずつを移動相 25 mL に溶かす．この液 5 mL に移動相を加えて 20 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロンアセトニド，フルオシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルオシノロンアセトニドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.2 g，減圧，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.2 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びフルオシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 40 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオシノロンアセトニド（$C_{24}H_{30}F_2O_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオシノロンアセトニド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液（1 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル 5 mg ずつをアセトニトリル 50 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

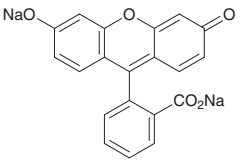
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フルオレセインナトリウム

Fluorescein Sodium



$C_{20}H_{10}Na_2O_5$：376.27

Disodium 2-(6-oxido-3-oxo-3*H*-xanthen-9-yl)benzoate

[*518-47-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フルオレセインナトリウム（$C_{20}H_{10}Na_2O_5$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品はだいだい色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）は緑色の強い蛍光を発し，この蛍光は多量の水を加えても消えないが，塩酸を加えて酸性にするとき消え，次に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，蛍光は再び現れる．

（2）　本品の水溶液（1 → 2000）1 滴をろ紙片に滴下するとき，黄色のはん点を生じる．このろ紙片を湿ったまま臭素蒸気中に 1 分間放置し，次にアンモニアガスに接触するとき，はん点は赤色を呈する．

（3）　本品 0.5 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.15 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 30 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.355 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.20 g を水 30 mL に溶かし，希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 40 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（4）　亜鉛　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えてろ過する．ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は直ちに混濁を生じない．

（5）　類縁物質　本品 0.20 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）（30：15：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，主スポット以外の着色スポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（1 g，105 ℃，恒量）．

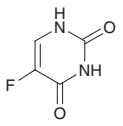
定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を加え，2-メチル-1-プロパノール/クロロホルム混液（1：1）20 mL ずつで 4 回抽出する．各抽出液は毎回同じ水 10 mL で洗う．全抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら，2-メチル-1-プロパノール及びクロロホルムを蒸発し，残留物をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥し，質量を量り，フルオレセイン（$C_{20}H_{12}O_5$：332.31）の量とする．

フルオレセインナトリウム（$C_{20}H_{10}Na_2O_5$）の量（mg）
= フルオレセイン（$C_{20}H_{12}O_5$）の量（mg）× 1.1323

貯　法　容　　器　気密容器．

フルオロウラシル

Fluorouracil



$C_4H_3FN_2O_2$：130.08

5-Fluorouracil ［*51-21-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオロウラシル（$C_4H_3FN_2O_2$）98.5 % 以上を含み，また，フッ素（F：19.00）13.1 ～ 16.1 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水に

やや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 282 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき，試液の色は消える．更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき，紫色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 20 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） フッ化物　本品 0.10 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL に溶かす．この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1∶1∶1）10 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1∶1∶1）10 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（0.012 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，750 ～ 850 ℃ で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水混液（7∶4∶1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） フルオロウラシル　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

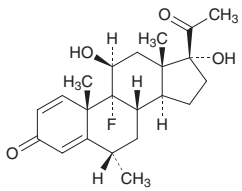
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 13.01 mg $C_4H_3FN_2O_2$

（2） フッ素　本品を乾燥し，その約 4 mg を精密に量り，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯 法 容 器　気密容器．

フルオロメトロン

Fluorometholone



$C_{22}H_{29}FO_4$：376.46

9-Fluoro-11β,17-dihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione　［*426-13-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオロメトロン（$C_{22}H_{29}FO_4$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はテトラヒドロフランに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 7 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオロメトロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオロメトロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：+52 ～ +60°（乾燥後，0.1 g，ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg をテトラヒドロフラン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/アセトン/メタノール混液（45：5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.2 g，白金るつぼ）．

定量法 本品及びフルオロメトロン標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めたメタノール（7 → 10）を加え，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオロメトロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオロメトロン（$C_{22}H_{29}FO_4$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオロメトロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 10000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール（7 → 10）

流量：フルオロメトロンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルオロメトロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

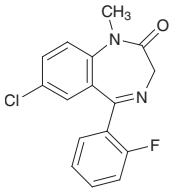
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

フルジアゼパム

Fludiazepam



$C_{16}H_{12}ClFN_2O$：302.73

7-Chloro-5-(2-fluorophenyl)-1-methyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*3900-31-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルジアゼパム（$C_{16}H_{12}ClFN_2O$）99.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融点〈2.60〉 91 ～ 94 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし，水 50 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取してジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸エチル混液（10：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.30 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

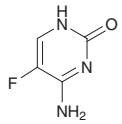
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.28 mg $C_{16}H_{12}ClFN_2O$

貯 法 容 器　気密容器．

フルシトシン

Flucytosine



$C_4H_4FN_3O$：129.09

5-Fluorocytosine ［2022-85-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルシトシン（$C_4H_4FN_3O$）98.5 % 以上を含み，また，フッ素（F：19.00）14.0 ～ 15.5 % を含む．

性 状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95），無水酢酸又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

本品はやや吸湿性である．

融点：約 295 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき，試液の黄褐色は直ちに消える．更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき，紫色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g に水 80 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，この液 40 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） フッ化物　本品 0.10 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL に溶かす．この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 4.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質　本品 50 mg を薄めたメタノール（1 → 2）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（5：3：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） フルシトシン　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL を加え，更に無水酢酸 100 mL

を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 12.91 mg $C_4H_4FN_3O$

（2） フッ素　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯　法

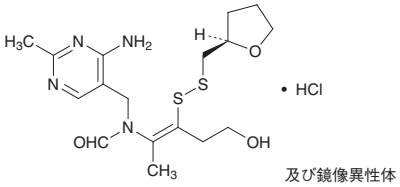
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フルスルチアミン塩酸塩

Fursultiamine Hydrochloride

塩酸フルスルチアミン



$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl：435.00

N−(4−Amino−2−methylpyrimidin−5−ylmethyl)−*N*−{(1*Z*)−4−hydroxy−1−methyl−2−[(2*RS*)−tetrahydrofuran−2−ylmethyldisulfanyl]but−1−en−1−yl}formamide monohydrochloride ［*804−30−8*，フルスルチアミン］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フルスルチアミン塩酸塩（$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 6 mL に溶かし，亜鉛粉末 0.1 g を加え，数分間放置した後，ろ過する．ろ液 3 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2−メチル−1−プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，2−メチル−1−プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2） 本品をデシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 24 時間乾燥したフルスルチアミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かした後，水を蒸発し，残留物をデシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 24 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉　本品 1.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルスルチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルスルチアミンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たフルスルチアミンのピーク高さが 20 ～ 30 mm になるように調整する．

面積測定範囲：フルスルチアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びフルスルチアミン塩酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 55 mg ずつを精密に量り，それぞれを水 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 100 mL とする．この液 8 mL ずつに水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルスルチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルスルチアミン塩酸塩（$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したフルスルチアミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　4−アミノ安息香酸イソプロピルのエタノール（95）溶液（3 → 400）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.01 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）1000 mL に溶かす．こ

の液 675 mL にメタノール/アセトニトリル混液（3：2）325 mL を加える．

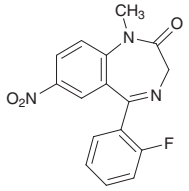
流量：フルスルチアミンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルスルチアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 10 以上のものを用いる．

貯　法　容　　器　気密容器．

フルニトラゼパム

Flunitrazepam



$C_{16}H_{12}FN_3O_3$：313.28

5-(2-Fluorophenyl)-1-methyl-7-nitro-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one　[*1622-62-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルニトラゼパム（$C_{16}H_{12}FN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈*2.60*〉　168 ～ 172 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.022 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を白金るつぼにとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/ジエチルエーテル/アンモニア水（28）混液（200：100：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.33 mg $C_{16}H_{12}FN_3O_3$

貯　法

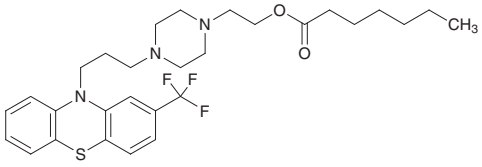
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フルフェナジンエナント酸エステル

Fluphenazine Enanthate

エナント酸フルフェナジン



$C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$：549.69

2-(4-{3-[2-(Trifluoromethyl)-10*H*-phenothiazin-10-yl]propyl}piperazin-1-yl)ethyl heptanoate　[*2746-81-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルフェナジンエナント酸エステル（$C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～帯黄だいだい色の粘稠な液で，通例，澄明であるが，結晶を生じて不透明となることがある．

本品はメタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 2 mg を塩酸のメタノール溶液（17 → 2000）200 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のとこ

ろに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/ヘキサン/アンモニア水（28）混液（16：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板に薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.49 mg $C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$

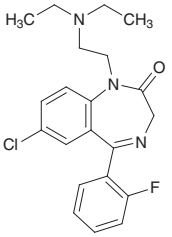
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フルラゼパム

Flurazepam



$C_{21}H_{23}ClFN_3O$：387.88

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*17617-23-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95），無水酢酸又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，帯緑黄色の蛍光を発する．

（2） 本品 0.01 g をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶かし，水浴中で 4 分間加熱するとき，液は暗赤色を呈する．

（3） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（4） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈*2.60*〉 79 ～ 83 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし，水 46 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取し，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸を加えて中和した後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉（2）のろ液 20 mL をとり，希塩酸を加えて中和した後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン/アンモニア水（28）混液（60：40：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポッ

トより濃くない．

乾燥減量 〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で第二当量点まで滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.39 mg $C_{21}H_{23}ClFN_3O$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

フルラゼパムカプセル

Flurazepam Capsules

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するフルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$：387.88）を含む．

製 法 本品は「フルラゼパム」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「フルラゼパム」0.1 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてかき混ぜた後，ろ過する．ろ液 40 mL をとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）80 mL 及びヘキサン 100 mL を加え，よく振り混ぜて抽出し，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．試料溶液 25 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線を照射するとき，帯緑黄色の蛍光を発する．

（2） （1）の試料溶液 25 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かし，水浴中で 4 分間加熱するとき，液は暗赤色を呈する．

（3） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 315 ～ 319 nm に吸収の極大を示し，297 ～ 301 nm に吸収の極小を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を注意して取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 30 mL を加え，10 分間よくかき混ぜた後，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 6 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用フルラゼパムを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 6 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 317 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

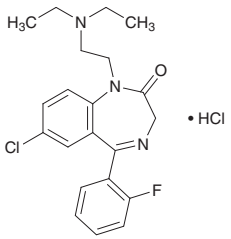
W_S：定量用フルラゼパムの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

フルラゼパム塩酸塩

Flurazepam Hydrochloride

塩酸フルラゼパム



$C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$：424.34

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one monohydrochloride ［*36105-20-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルラゼパム塩酸塩（$C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール（95），エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすい．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

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

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

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH 〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.05 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エ

タノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄層板をアンモニア蒸気を満たした容器に入れ，約 15 分間放置し，直ちにジエチルエーテル/ジエチルアミン混液（39：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 3 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

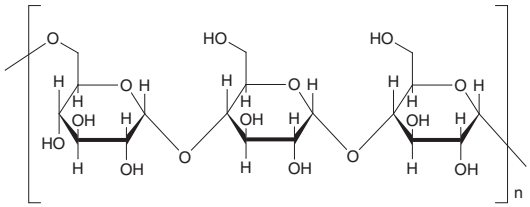
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 21.22 mg $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

プルラン

Pullulan



$(C_{18}H_{30}O_{15})_n$

Poly[6)-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranosyl-(1→]

[*9057-02-7*]

本品は *Aureobasidum pullulans* を培養するとき，菌体外に生産される中性単純多糖で，その構造は α-1,4 結合による 3 個のグルコースよりなるマルトトリオースが α-1,6 結合で繰り返し鎖状に結合したものである．

性 状 本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 10 g を水 100 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき，粘稠な溶液となる．

（2） （1）の粘稠な溶液 10 mL にプルラナーゼ試液 0.1 mL を加えて混和し，放置するとき，粘性がなくなる．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）10 mL にマクロゴール 6002 mL を加えるとき，直ちに白色の沈殿を生じる．

粘 度〈2.53〉 本品を乾燥し，その 10.0 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 g とし，30 ± 0.1 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，動粘度は 100 ～ 180 mm^2/s である．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（2） 窒素 本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，0.05 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 12 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 40 mL とする．

（3） 単糖類及び少糖類 本品を乾燥し，その 0.8 g を水 100 mL に溶かし，試料原液とする．試料原液 1 mL に塩化カリウム飽和溶液 0.1 mL を加えた後，メタノール 3 mL を加えて激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び水 0.2 mL ずつを正確に量り，氷水中で冷却したアントロンの薄めた硫酸（3 → 4）溶液（1 → 500）5 mL に静かに加えて直ちに混和し，90 ℃ で 10 分間加温した後，直ちに冷却する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液及び水から得られたそれぞれの液の波長 620 nm における吸光度 A_T，A_S 及び A_B を測定するとき，単糖類及び少糖類の量は 10.0 % 以下である．

単糖類及び少糖類の量（%）
$= \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times 8.2$

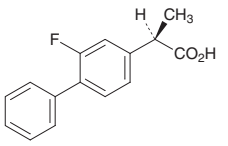
乾燥減量〈2.41〉 6.0 % 以下（1 g，減圧，90 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.3 % 以下（2 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

フルルビプロフェン

Flurbiprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}FO_2$：244.26

(2*RS*)-2-(2-Fluorobiphenyl-4-yl)propanoic acid

[*5104-49-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルルビプロフェン（$C_{15}H_{13}FO_2$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに刺激性のにおいがある．

本品はメタノール，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融　点〈2.60〉 114 ～ 117 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.6 g をアセトン 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にアセトン 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.015 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（3）類縁物質 本品 20 mg を水/アセトニトリル混液（11：9）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（11：9）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルルビプロフェン以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（12：7：1）

流量：フルルビプロフェンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルルビプロフェンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（11：9）を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たフルルビプロフェンのピーク面積が，標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の 16 ～ 24 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.04 g 及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.02 g を水/アセトニトリル混液（11：9）100 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，水/アセトニトリル混液（11：9）を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，フルルビプロフェンの順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルルビプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.10 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

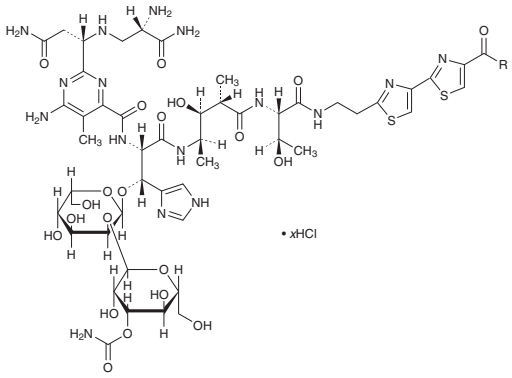
0.1 mol/L水酸化ナトリウム液 1mL = 24.43 mg $C_{15}H_{13}FO_2$

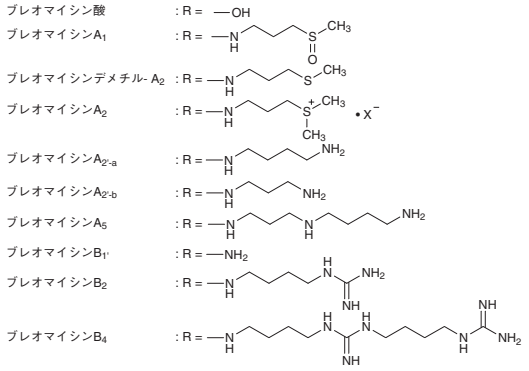
貯 法 容 器 密閉容器．

ブレオマイシン塩酸塩

Bleomycin Hydrochloride

塩酸ブレオマイシン





ブレオマイシン酸

1–Bleomycinoic acid hydrochloride

ブレオマイシン A_1

N^1–[3–(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンデメチル–A_2

N^1–[3–(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン A_2

N^1–[3–(Dimethylsulfonio)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン $A_{2'-a}$

N^1–(4–Aminobutyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン $A_{2'-b}$

N^1–(3–Aminopropyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン A_5

N^1–[3–(4–Aminobutylamino)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン $B_{1'}$

Bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン B_2

N^1–(4–Guanidinobutyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン B_4

N^1–{4–[3–(4–Guanidinobutyl)guanidino]butyl}–bleomycinamide hydrochloride

[*11056–06–7*，ブレオマイシン]

本品は，*Streptomyces verticillus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1400 ～ 2000 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ブレオマイシン A_2（$C_{55}H_{84}ClN_{17}O_{21}S_3$：1451.00）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 4 mg をとり，硫酸銅（Ⅱ）試液 5 μL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

成分含量比　本品 10 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ブレオマイシン A_2（最初の主ピーク成分）は 55 ～ 70 %，ブレオマイシン B_2（2 番目の主ピーク成分）は 25 ～ 32 %，ブレオマイシン A_2 とブレオマイシン B_2 の和は 85 % 以上，デメチルブレオマイシン A_2（ブレオマイシン A_2 に対する相対保持時間が 1.5 ～ 2.5）は 5.5 % 以下，その他のピークの合計は 9.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相原液：1–ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.96 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を水 1000 mL 及び酢酸（100）5 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて pH 4.3 に調整する．

移動相 A：移動相原液/メタノール混液（9：1）

移動相 B：移動相原液/メタノール混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分約 1.2 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルブレオマイシン A_2 溶出後 20 分の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブレオマイシン A_2，ブレオマイシン B_2 の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブレオマイシン A_2 のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品 80 mg を水 4 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅　本品 75 mg を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に銅標準液 15 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない（200 ppm 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8 nm

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（60 mg，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607 を用いる．

（ii） 種層用カンテン培地，基層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iii） 試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iv） 種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地に 27 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地 100 mL に移植し，25 ～ 27 ℃ で 5 日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．試験菌液 0.5 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（v） 円筒カンテン平板の調製　7．円筒カンテン平板の調製を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は 5.0 mL，種層カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

（vi） 標準溶液　ブレオマイシン A_2 塩酸塩標準品適量をとり，減圧下（0.67 kPa 以下），常温で 3 時間乾燥し，その約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

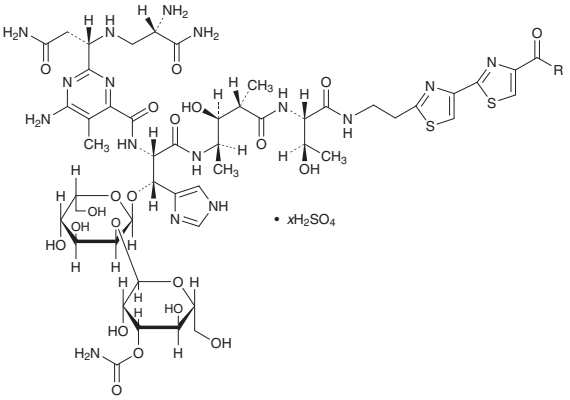
（vii） 試料溶液　本品約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

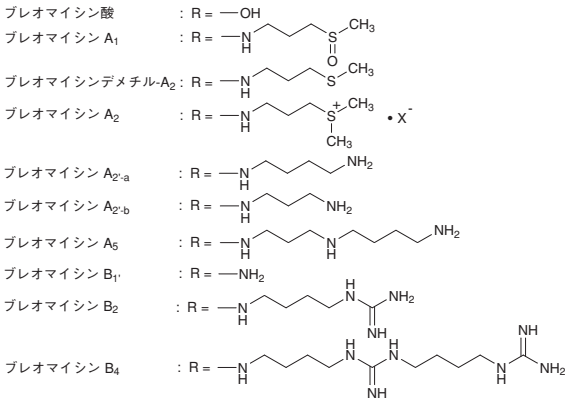
貯 法 容 器　気密容器．

ブレオマイシン硫酸塩

Bleomycin Sulfate

硫酸ブレオマイシン





ブレオマイシン酸

1-Bleomycinoic acid sulfate

ブレオマイシン A_1

N^1-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンデメチル-A_2

N^1-[3-(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン A_2

N^1-[3-(Dimethylsulfonium)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン $A_{2'-a}$

N^1-(4-Aminobutyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン $A_{2'-b}$

N^1-(3-Aminopropyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン A_5

N^1-{3-[(4-Aminobutyl)amino]propyl}bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン $B_{1'}$

Bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン B_2

N^1-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン B_4

N^1-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-bleomycinamide sulfate

[*9041-93-4*，ブレオマイシン硫酸塩]

本品は，*Streptomyces verticillus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1400 ～ 2000 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ブレオマイシン A_2（$C_{55}H_{84}ClN_{17}O_{21}S_3$：1451.00）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 4 mg をとり，硫酸銅（Ⅱ）試液 5 μL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1 → 200)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 10 mg を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

成分含量比　本品 10 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ブレオマイシン A_2（最初の主ピーク成分）は 55 ～ 70 %，ブレオマイシン B_2（2 番目の主ピーク成分）は 25 ～ 32 %，ブレオマイシン A_2 とブレオマイシン B_2 の和は 85 % 以上，デメチルブレオマイシン A_2（ブレオマイシン A_2 に対する相対保持時間が 1.5 ～ 2.5）は 5.5 % 以下，その他のピークの量の合計は 9.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相原液：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.96 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を水 1000 mL 及び酢酸(100) 5 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて pH 4.3 に調整する．

移動相 A：移動相原液/メタノール混液（9：1）

移動相 B：移動相原液/メタノール混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分 1.2 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルブレオマイシン A_2 溶出後 20 分の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブレオマイシン A_2，ブレオマイシン B_2 の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブレオマイシン A_2 のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品 80 mg を水 4 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅　本品 75 mg を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）10 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別に銅標準液 15 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない（200 ppm 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8 nm

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（60 mg，減圧，五酸化リン（V），60 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607 を用いる．

（ii） 種層用カンテン培地，基層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH〈2.54〉は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iii）試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH〈2.54〉は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iv） 種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地に 27 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地 100 mL に移植し，25 ～ 27 ℃ で 5 日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．試験菌液 0.5 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（v） 円筒カンテン平板の調製　7. 円筒カンテン平板の調製を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は 5.0 mL，また，種層カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

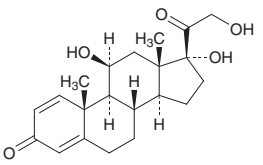
（vi） 標準溶液　ブレオマイシン A_2 塩酸塩標準品適量をとり，減圧下（0.67 kPa 以下），常温で 3 時間乾燥し，その約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（vii） 試料溶液　本品約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　器　気密容器．

プレドニゾロン

Prednisolone



$C_{21}H_{28}O_5$：360.44

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

[*50-24-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸エチル又はクロロホルムに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

融点：約 235 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ～ 3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して，水 10 mL を加えるとき，液は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数の

ところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプレドニゾロン標準品をそれぞれ酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋113 ～ ＋119°（乾燥後，0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） セレン　本品 0.10 g に過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 2 mL を加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸 4 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセレン標準液 3 mL を正確に量り，過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 6 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれ A_T 及び A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（30 ppm 以下）．

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0 nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約 1000 ℃ とする．

キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（2） 類縁物質　本品 20 mg にメタノール/クロロホルム混液（1：1）2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン 20 mg 及び酢酸プレドニゾロン 10 mg をとり，それぞれをメタノール/クロロホルム混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/ジエチルアミン混液（55：45：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する（ただし，展開槽にろ紙を入れない）．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液には，主スポット，ヒドロコルチゾン及び酢酸プレドニゾロン以外のスポットを認めない．

乾燥減量 〈2.41〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法　本品及びプレドニゾロン標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 50 mL に溶かし，内標準溶液 25 mL ずつを正確に加え，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 1 mL ずつを量り，それぞれに移動相を加えて 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：247 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（13：7）

流量：プレドニゾロンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 25 mg 及びヒドロコルチゾン 25 mg をメタノール 100 mL に溶かす．この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン，プレドニゾロンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法　**容器**　気密容器．

プレドニゾロン錠
Prednisolone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$：360.44）を含む．

製法　本品は「プレドニゾロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プレドニゾロン」0.05 g に対応する量をとり，クロロホルム 10 mL を加えて 15 分間振り混ぜてろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，このものにつき，「プレドニゾロン」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の残留物及びプレドニゾロン標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれを酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

製剤均一性 〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 10 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール 50 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離

する．上澄液 x mL を正確に量り，1 mL 中にプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）約 10 μg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に V mL とし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水 10 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 10) \times (1 / x)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 70 % 以上である．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (45 / C)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，水 1 mL を加えて穏やかに振り混ぜる，更に内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノール 15 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜる．この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とし，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，内標準溶液 25 mL を正確に加え，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．以下「プレドニゾロン」の定量法を準用する．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）

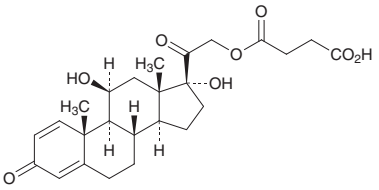
内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 2000）

貯 法 容 器　気密容器．

プレドニゾロンコハク酸エステル

Prednisolone Succinate

コハク酸プレドニゾロン



$C_{25}H_{32}O_8$：460.52

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(hydrogen succinate)　[*2920-86-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{25}H_{32}O_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の微細な結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：約 205 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ～ 3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプレドニゾロンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+114 ～ +120°（乾燥後，67 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン 30 mg をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びプレドニゾロンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5

mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

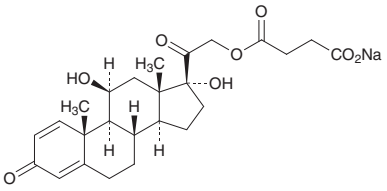
プレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{25}H_{32}O_8$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：プレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　器　気密容器．

注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム

Prednisolone Sodium Succinate for Injection
注射用コハク酸プレドニゾロンナトリウム



$C_{25}H_{31}NaO_8$：482.50
Monosodium 11β,17,21-trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-succinate ［*1715-33-9*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{31}NaO_8$）72.4 ～ 83.2 % を含み，表示量の 90 ～ 110 % に対応するプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$：360.44）を含む．

本品はプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量で表示する．

製　法　本品は「プレドニゾロンコハク酸エステル」をとり，「乾燥炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加え，注射剤の製法により製する．

ただし，適当な緩衝剤を加える．

性　状　本品は白色の粉末又は多孔質の軽い塊である．

本品は水に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ～ 3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし，10 分間放置する．析出した沈殿をろ過し，ろ液に希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，薄めたアンモニア試液（1 → 10）を加えて pH 約 6 に調整し，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.2 である．

純度試験　溶状　本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　2.0 % 以下（0.15 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品につき，プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）約 0.1 g に対応する個数をとり，それぞれの内容物を薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，100 mL のメスフラスコに移す．各々の容器は，薄めたメタノール（1 → 2）で洗い，洗液は先の液に合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にプレドニゾロンコハク酸エステル標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 6 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{31}NaO_8$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 1.0477$

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 0.7827$

W_S：プレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 25000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 0.32 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及びリン酸二水素カリウム 6.94 g を水 1000 mL に溶かす．この液 840 mL にメタノール 1160 mL を加える．

流量：プレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上であ

る．

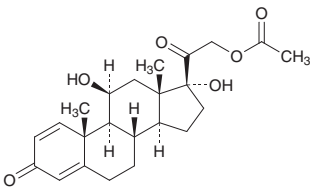
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

プレドニゾロン酢酸エステル

Prednisolone Acetate

酢酸プレドニゾロン



$C_{23}H_{30}O_6$：402.48

11β,17,21−Trihydroxypregna−1,4−diene−3,20−dione 21−acetate ［*52−21−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン酢酸エステル（$C_{23}H_{30}O_6$）96.0〜 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95），エタノール（99.5）又はクロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 235 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2〜3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾロン酢酸エステル標準品のスペクトルを 4000 〜 650 cm^{-1} の範囲で比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプレドニゾロン酢酸エステル標準品をそれぞれエタノール（99.5）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+128 〜 +137°（乾燥後，70 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.20 g にクロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン，酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン 20 mg ずつをとり，クロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（385：75：40：6）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．また，試料溶液には，主スポット，プレドニゾロン，酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びプレドニゾロン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 60 mL に溶かし，次に内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するプレドニゾロン酢酸エステルのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

プレドニゾロン酢酸エステル（$C_{23}H_{30}O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：プレドニゾロン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（3 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：プレドニゾロン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

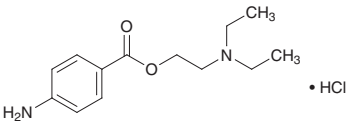
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するプレドニゾロン酢酸エステルのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

プロカイン塩酸塩

Procaine Hydrochloride

塩酸プロカイン



$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl：272.77

2-(Diethylamino)ethyl 4-aminobenzoate monohydrochloride

[*51-05-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

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

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

融　点〈*2.60*〉　155 ～ 158 ℃

純度試験

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

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 1.0 g をとり，エタノール（95）5 mL を加えてよく振り混ぜて溶かし，更に水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 4-アミノ安息香酸 10 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）4 mL 及び水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジブチルエーテル/ヘキサン/酢酸（100）混液（20：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 105 ℃ で 10 分間加熱する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．ただし，試料溶液の主スポットは原点に留まる．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，塩酸 5 mL 及び水 60 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 27.28 mg $C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl

貯 法 容 器　密閉容器．

プロカイン塩酸塩注射液

Procaine Hydrochloride Injection

塩酸プロカイン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl：272.77）を含む．

製　法　本品は「プロカイン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「プロカイン塩酸塩」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 1000 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 219 ～ 223 nm 及び 289 ～ 293 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　3.3 ～ 6.0

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のプロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl）約 20 mg に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロカインをデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (2 / 5)$

W_S：定量用塩酸プロカインの秤取量（mg）

内標準溶液　カフェインの移動相溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．1–ペンタンスルホン酸ナトリウムが 0.1 %になるようにこの液を加えた溶液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：プロカインの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

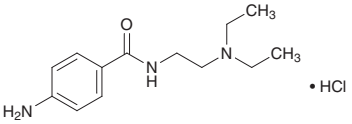
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 %以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

プロカインアミド塩酸塩

Procainamide Hydrochloride

塩酸プロカインアミド



$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$：271.79

4–Amino–*N*–(2–diethylaminoethyl)benzamide monohydrochloride ［*614–39–1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 1 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，クロロホルム/ジエチルエーテル混液（1：1）10 mL ずつで 2 回抽出する．抽出液を合わせ，乾燥用塩化カルシウムを加え，30 分間乾燥し，小フラスコに傾斜し，ピリジン 5 mL を加え，更に塩化ベンゾイル 1 mL を徐々に滴加し，水浴上で 30 分間加熱した後，クロロホルム/ジエチルエーテル混液（1：1）20 mL を加えて振り混ぜ，水酸化ナトリウム試液 100 mL 中に注加し，振り混ぜる．有機溶媒層を分取し，水 20 mL で洗い，10 ℃ に冷却し，結晶を析出させる．結晶をろ取し，希エタノール 10 mL から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 180 ～ 187 ℃ である．

（2）　本品 0.01 g を希塩酸 1 mL 及び水 4 mL に溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

融　点〈*2.60*〉　165 ～ 169 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．更に各スポット上にアンモニア水（28）のメタノール溶液（11 → 50）10 μL ずつをスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（700：300：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.18 mg $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$

貯　法　容　　器　気密容器．

プロカインアミド塩酸塩錠

Procainamide Hydrochloride Tablets

塩酸プロカインアミド錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$：271.79）を含む．

製　法　本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1.5 g に対応する量をとり，水 30 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，以下「プロカインアミド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　（1）の試料溶液 0.2 mL に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法

により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）約 7 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロカインアミドを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.125 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 4.5$

W_S：定量用塩酸プロカインアミドの秤取量（mg）

C：1 錠中のプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加えてよくかき混ぜた後，遠心分離して上澄液をとる．残留物に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えてかき混ぜ，再び遠心分離して上澄液をとる．更に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返し，全上澄液を合わせ，臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 27.18 mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

プロカインアミド塩酸塩注射液

Procainamide Hydrochloride Injection

塩酸プロカインアミド注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79）を含む．

製　法　本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

pH：4.0 ～ 6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1 g に対応する容量をとり，「プロカインアミド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」0.01 g に対応する容量をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 5 mL とした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，15 ℃ に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 27.18 mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

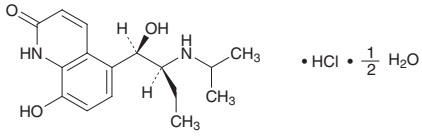
貯　法　容　　器　密封容器．

プロカテロール塩酸塩水和物

Procaterol Hydrochloride Hydrate

塩酸プロカテロール

プロカテロール塩酸塩



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl・$\frac{1}{2}H_2O$：335.83

8-Hydroxy-5-{(1*RS*,2*SR*)-1-hydroxy-2-[(1-methylethyl)amino]butyl}quinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride hemihydrate ［*62929-91-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロカテロール塩酸塩（$C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl：326.82）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，ギ酸又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

本品は光によって徐々に着色する．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 195 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（7 → 1000000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき，液は

澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロカテロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロカテロールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.87 g を水 1000 mL に溶かした液 760 mL にメタノール 230 mL 及び酢酸（100）10 mL を加える．

流量：プロカテロールの保持時間が約 15 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び塩酸スレオプロカテロール 20 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 15 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とする．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカテロール，スレオプロカテロールの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たプロカテロールのピーク高さが 10 mm 以上になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロカテロールの保持時間の約 2.5 倍の範囲

水 分〈*2.48*〉 2.5 ～ 3.3 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.25 g を精密に量り，ギ酸 2 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，更に無水酢酸 1 mL を加えた後，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，無水酢酸 60 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.68 mg $C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl

貯 法

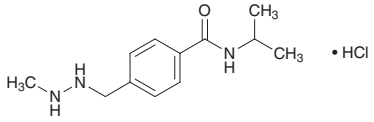
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

プロカルバジン塩酸塩

Procarbazine Hydrochloride

塩酸プロカルバジン



$C_{12}H_{19}N_3O$・HCl：257.76

N–(1–Methylethyl)–

4–[(2–methylhydrazino)methyl]benzamide

monohydrochloride ［*366–70–1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカルバジン塩酸塩（$C_{12}H_{19}N_3O$・HCl）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～帯淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約 223 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を薄めた硫酸銅（Ⅱ）試液（1 → 10）1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 4 滴を加えるとき，直ちに緑色の沈殿を生じ，沈殿は緑色より黄色を経てだいだい色に変わる．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をL–システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 200）5.0 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，L–システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 200）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板を，傾けながらL–システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 200）に徐々に浸し，1 分間放置した後取り出し，冷風で 10 分間，温風で 5 分間乾燥し，更に 60 ℃ で 5 分間乾燥する．冷後，この薄層板に試料溶液及び標準

溶液 5 μL ずつをスポットする．次にメタノール/酢酸エチル混液（1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 1 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

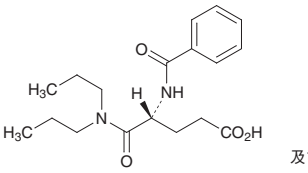
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，塩酸 25 mL を加えて室温に冷却する．この液にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色が消えるまで滴定 〈*2.50*〉 する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 8.592 mg $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

プログルミド

Proglumide



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{26}N_2O_4$：334.41

(4*RS*)−4−Benzoylamino−*N*,*N*−dipropylglutaramic acid [*6620−60−6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プログルミド（$C_{18}H_{26}N_2O_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を丸底アンプルにとり，塩酸 5 mL を加え，アンプルを熔封し，注意して 120 ℃ で 3 時間加熱する．冷後，析出する結晶をろ取し，冷水 50 mL で洗った後，得られた結晶を 100 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点 〈*2.60*〉 は 121 ～ 124 ℃ である．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度 〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（225 nm）：384 ～ 414（乾燥後，4 mg，メタノール，250 mL）．

融 点 〈*2.60*〉 148 ～ 150 ℃

純度試験

（1） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素 〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL 及び過酸化水素（30）1.5 mL を加え，エタノールに点火した後，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)/メタノール混液（50：18：5：4）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.10 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.16 g を精密に量り，メタノール 40 mL に溶かし，水 10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

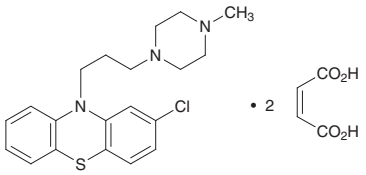
0.1 mol/L水酸化ナトリウム液 1mL = 33.44 mg $C_{18}H_{26}N_2O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

プロクロルペラジンマレイン酸塩

Prochlorperazine Maleate

マレイン酸プロクロルペラジン



$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$：606.09

2−Chloro−10−[3−(4−methylpiperazin−1−yl)propyl]−10*H*−phenothiazine dimaleate [*84−02−6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に溶けにくく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に赤色を帯びる．

融点：195 ～ 203 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤色を呈し，徐々に濃くなる．この液の半量をとり，加熱するとき，赤紫色を呈する．残りの液に二クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，緑褐色を呈し，放置すると褐色に変わる．

（2） 本品 0.5 g に臭化水素酸 10 mL を加え，還流冷却器を付けて 10 分間加熱する．冷後，水 100 mL を加え，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過する．残留物を水 10 mL ずつで 3 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 195 ～ 198 ℃（分解）である．

（3） 本品 0.2 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL に溶かし，ジエチルエーテル 3 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は（4）の試験に用いる〕．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物にメタノール 10 mL を加え，加温して溶かし，これを 50 ℃ に加温した 2,4,6–トリニトロフェノールのメタノール溶液（1 → 75）30 mL に加えて 1 時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 252 ～ 258 ℃（分解）である．

（4） （3）の水層に沸騰石を入れ，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，臭素試液 2 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱し，更に沸騰するまで加熱する．冷後，この液 2 滴をレソルシノールの硫酸溶液（1 → 300）3 mL 中に滴加し，水浴上で 15 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

純度試験 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）60 mL を加え，かき混ぜながら加温して溶かす．冷後，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*–ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 15.15 mg $C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

Prochlorperazine Maleate Tablets

マレイン酸プロクロルペラジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$：606.09）を含む．

製 法 本品は「プロクロルペラジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」5 mg に対応する量をとり，酢酸（100）15 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に硫酸 3 mL を加えて振り混ぜるとき，淡赤色を呈する．この液に二クロム酸カリウム試液 1 滴を滴加するとき，緑褐色を呈し，放置するとき，褐色に変わる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」0.08 g に対応する量をとり，メタノール 15 mL 及びジメチルアミン 1 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品 0.08 g にメタノール 15 mL 及びジメチルアミン 1 mL を加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1–ブタノール/アンモニア試液混液（15：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化パラジウム（Ⅱ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」0.04 g に対応する量をとり，1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離する．ジエチルエーテル層は分液漏斗に移し，0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL で洗った後，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸試液 5 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に過マンガン酸カリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

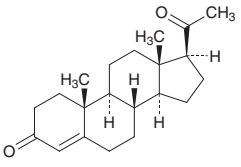
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．プロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$）約 16 mg に対応する量を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，ジメチルホルムアミド/ジメチルアミン混液（100：1）25 mL を正確に加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 64 mg を精密に量り，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド/ジメチルアミン混液（100：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを正確に共栓遠心沈殿管に量り，pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL 及びシクロヘキサン 20 mL を正確に加え，密栓して 5 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．シクロヘキサン層 10 mL を正確に共栓遠心沈殿管に量り，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 20 mL を正確に加えた後，*N*,*N*–ジメチルホルムアミド 5 mL を正確に加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの水層につき，塩化パラジウム（Ⅱ）試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 495 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

プロゲステロン
Progesterone



$C_{21}H_{30}O_2$：314.46
Pregn-4-ene-3,20-dione　［*57-83-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．
本品はメタノール，エタノール（95），エタノール（99.5）又は 1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品 0.05 g をとり，塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をエタノール（95）5 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸し，エタノールを蒸発して 3 mL とした後，水 10 mL を加える．生じた沈殿を吸引ろ取し，水少量で洗い，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 235 ～ 240 ℃ である．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプロゲステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+174 ～ +182°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　128 ～ 133 ℃ 又は 120 ～ 122 ℃.

純度試験　類縁物質　本品 80 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

プロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）の量（mg）
$= (A / 540) \times 10000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

プロゲステロン注射液
Progesterone Injection

本品は油性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するプロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$：314.46）を含む．

製　法　本品は「プロゲステロン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「プロゲステロン」0.02 g に対応する容量をとり，分液漏斗に入れ，ヘキサン 40 mL を加え，よく振り混ぜた後，薄めたエタノール（9 → 10）20 mL ずつで 3 回抽出する．抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 75 mg 及びエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，15 分間煮沸した後，塩酸 1 mL を加え，更に 15 分間加熱する．冷後，生じた沈殿をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，ヘキサン 10 mL ずつで 5 回，次にエタノール（95）5 mL ずつで 3 回洗い，更に薄めた塩酸（1 → 20）で洗液が無色となるまで洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 269 ～ 275 ℃ である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のプロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にプロゲステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，イソニアジド試液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，45 分間放置する．これらの液につき，クロロホルム 5 mL を

用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 380 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：プロゲステロン標準品の秤取量（mg）

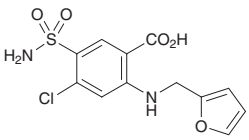
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

フロセミド

Furosemide



$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74

4-Chloro-2-[(furan-2-ylmethyl)amino]-5-sulfamoylbenzoic acid ［*54-31-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，アセトニトリル又は酢酸（100）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 205 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 25 mg をメタノール 10 mL に溶かし，この液 1 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱した後，冷却し，水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2）　本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロセミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロセミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 2.6 g を希水酸化ナトリウム試液 90 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加えてろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.020 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　（2）のろ液 20 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.030 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 25 mg を溶解液 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，溶解液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得られるフロセミドのピークより前に現れる個々のピークのピーク面積は標準溶液のフロセミドのピーク面積の 2/5 倍より大きくなく，フロセミドのピークより後に現れる個々のピークのピーク面積は標準溶液のフロセミドのピーク面積の 1/4 倍より大きくない．また，それらのピークの合計面積は標準溶液のフロセミドのピーク面積の 2 倍より大きくない．

溶解液　酢酸（100）22 mL に水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/酢酸（100）混液（70：30：1）

流量：フロセミドの保持時間が約 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフロセミドの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，溶解液を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たフロセミドのピーク面積が，標準溶液のフロセミドのピーク面積の 3.2 ～ 4.8 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，フロセミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 7000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フロセミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする．別に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL に水 15 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 33.07 mg $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

フロセミド錠
Furosemide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74）を含む．

製 法 本品は「フロセミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「フロセミド」0.2 g に対応する量をとり，アセトン 40 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 0.5 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm，269 ～ 273 nm 及び 330 ～ 336 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 本品を粉末とし，表示量に従い「フロセミド」40 mg に対応する量をとり，アセトン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後，更にアセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 1.0 mL に水 3.0 mL を加えて氷冷した後，希塩酸 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜ，3 分間放置した後，*N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1.0 mL を加え，よく振り混ぜ，5 分間放置する．この液につき，アセトン 1.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 530 nm における吸光度は 0.10 以下である．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えてよく振り混ぜて崩壊させた後，1 mL 中にフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）約 0.4 mg を含む液となるように 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，正確に *V* mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL 以上を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：フロセミド標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，20 mg 錠では 15 分後，40 mg 錠では 30 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 *V* mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）約 10 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に *V*′mL とし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かした後，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 mg 錠の 15 分間及び 40 mg 錠の 30 分間の溶出率は，それぞれ 80 % 以上である．

フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$

W_S：フロセミド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 70 mL を加えてよく振り混ぜた後，更に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL 以上を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：フロセミド標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液

Insulin Zinc Protamine Injection（Aqueous Suspension）
プロタミンインシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.20 ～ 0.30 mg を含む．

製　法　本品は「インスリン」，「プロタミン硫酸塩」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「リン酸水素ナトリウム水和物」0.38 ～ 0.63 g，「濃グリセリン」1.4 ～ 1.8 g 及び「クレゾール」0.18 ～ 0.22 g 又は「フェノール」0.22 ～ 0.28 g を含むようにこれらを加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，大きい粒状物を認めない．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉　7.0 ～ 7.4

純度試験

（1）　たん白質　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 1.25 mg を超えない．

（2）　溶存するインスリン　本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求めるとき，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

貯　法
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

プロタミン硫酸塩

Protamine Sulfate
硫酸プロタミン

本品はサケ科（*Salmonidae*）などの魚類の成熟した精巣から得たプロタミンの硫酸塩である．

性　状　本品は白色～淡灰黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

確認試験

（1）　本品 1 mg を水 2 mL に溶かし，1-ナフトール 0.1 g を薄めたエタノール（7 → 10）100 mL に溶かした液 5 滴及び，次亜塩素酸ナトリウム試液 5 滴を加えた後，水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，液は鮮赤色を呈する．

（2）　本品 5 mg に水 1 mL を加え，加温して溶かし，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）1 滴及び硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 窒素　本品を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，本品 1 mg につき，窒素（N：14.01）の量は 0.255 mg 以下である．

抗ヘパリン試験

（i） 試料溶液　本品 20.0 mg を生理食塩液に溶かし正確に 20 mL とする．

（ii） ヘパリンナトリウム標準溶液　ヘパリンナトリウム標準品 10.0 mg を生理食塩液に溶かし，その 1 mL 中に正確に 0.7 mg を含むように調製する．

（iii） 硫酸塩・全血液　新鮮なウシの血液 250 mL を硫酸ナトリウム十水和物溶液（9 → 50）50 mL を入れた広口の共栓ポリエチレン瓶に入れ，1 ～ 4 ℃ で保存する．用時凝固物があるときは除いて用いる．

（iv） トロンボキナーゼ抽出液　アセトン乾燥牛脳 1.5 g に水 60 mL を加え，50 ℃ で 10 ～ 15 分間抽出し，1500 回転で 2 分間遠心分離した後，上層液をとり，これに保存剤としてクレゾールを 0.3 % の割合に加え，1 ～ 4 ℃ で保存する．この液は数日間効力を保つ．

（v） 操作法　清浄な内径 13 mm，長さ 150 mm の共栓試験管 10 本をとり，その 1 本に生理食塩液 1.30 mL 及びトロンボキナーゼ抽出液 0.20 mL を加え，次に正確に硫酸塩・全血液 1 mL を加え，栓をして 1 回転倒して混和する．同時に秒時計で時間を記録する．管を転倒しても，管底の凝固物が落下しなくなったときを凝固とみなし，この時間を基準時間とする．基準時間はトロンボキナーゼ抽出液の量を適当に調節して 2 ～ 3 分となるようにする．次に残りの試験管 9 本に試料溶液 0.50 mL 及び基準時間の測定に用いたのと等量のトロンボキナーゼ抽出液を加え，更に各管にそれぞれヘパリンナトリウム標準溶液 0.43 mL，0.45 mL，0.47 mL，0.49 mL，0.50 mL，0.51 mL，0.53 mL，0.55 mL 及び 0.57 mL を加えた後，生理食塩液を加えて各管の容積を 1.50 mL とする．最後に各管に硫酸塩・全血液 1.0 mL ずつを加え，栓をして 1 回転倒して混和する．同時に秒時計で凝固時間を記録する．基準時間に最も近い凝固時間を有する管の試料溶液を V mL，その管のヘパリンナトリウム標準溶液を v mL とするとき，v/V は 0.85 ～ 1.15 である．

貯　法　容　　器　気密容器．

プロタミン硫酸塩注射液

Protamine Sulfate Injection

硫酸プロタミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は「プロタミン硫酸塩」の量を表示する．

製　法　本品は「プロタミン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色の液で，においはないか，又は保存剤によるにおいがある．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」1 mg に対応する容量をとり，水を加えて 2 mL とし，以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」5 mg に対応する容量をとり，水を加えて 1 mL とし，以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　5.0 ～ 7.0

純度試験　窒素　本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」約 10 mg に対応する容量を正確に量り，ケルダールフラスコに入れ，水浴上で空気を通じて蒸発乾固し，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された「プロタミン硫酸塩」1 mg につき，窒素（N：14.01）の量は 0.225 ～ 0.255 mg である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

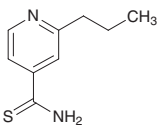
抗ヘパリン試験　「プロタミン硫酸塩」の抗ヘパリン試験を準用する．ただし，（i）試料溶液は次のとおりとする．

試料溶液　本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」20.0 mg に対応する容量を正確に量り，生理食塩液を加えて正確に 20 mL とする．

貯　法　容　　器　密封容器．

プロチオナミド

Prothionamide



$C_9H_{12}N_2S$：180.27

2-Propylpyridine-4-carbothioamide　［*14222-60-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロチオナミド（$C_9H_{12}N_2S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸及び希硫酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.05 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を混和し，その約 10 mg を試験管にとり，小火炎を用いて数秒間加熱して融解する．冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL を加えるとき，液は赤色～だいだい赤色を呈する．

（2） 本品 0.5 g を 100 mL のビーカーに入れ，水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，時々振り混ぜながら加熱して溶かすとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．更に，この液を 3 ～ 5 mL となるまで穏やかに煮沸し，

冷後，酢酸（100）20 mL を徐々に加え，水浴上で加熱するとき，発生するガスは潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙を黒変する．更に，水浴上で送風しながら液量が 3 ～ 5 mL となるまで濃縮し，冷後，水 10 mL を加え，よくかき混ぜ，吸引ろ取し，速やかに水から再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 6 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 198 ～ 203 ℃（分解）である．

融　点〈*2.60*〉　142 ～ 145 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　酸　本品 3.0 g にメタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，これに水 100 mL を加え，氷水中で振り混ぜながら結晶を析出させた後，ろ過する．ろ液 80 mL をとり，室温に戻し，クレゾールレッド試液 0.8 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.6 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（3.3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*–ナフトールベンゼイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.03 mg $C_9H_{12}N_2S$

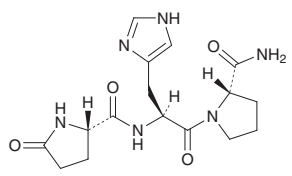
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

プロチレリン

Protirelin



$C_{16}H_{22}N_6O_4$：362.38

5–Oxo–L–prolyl–L–histidyl–L–prolinamide　［*24305–27–9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロチレリン（$C_{16}H_{22}N_6O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硬質試験管にとり，6 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え，試験管の上部を融封し，注意して 110 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，開封し，内容物をビーカーに移し，水浴上で蒸発乾固する．残留物を水 1 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L–グルタミン酸 0.08 g，L–ヒスチジン塩酸塩一水和物 0.12 g 及び L–プロリン 0.06 g を水 20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1–ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（4：1：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−66.0 ～ −69.0°（脱水物に換算したもの，0.1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 8.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（1）に，試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（2）にスポットする．次に 1–ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（4：2：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．薄層板（1）にスルファニル酸の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200）/亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）混液（1：1）を均等に噴霧した後，風乾する．次に炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 10）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板（2）にニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，着色したスポットを認めない．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（0.2 g）．

定 量 法　本品約 70 mg を精密に量り，酢酸（100）50 mL

に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 7.248 mg $C_{16}H_{22}N_6O_4$

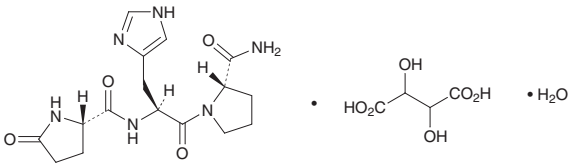
貯　法　容　　器　気密容器．

プロチレリン酒石酸塩水和物

Protirelin Tartrate Hydrate

酒石酸プロチレリン

プロチレリン酒石酸塩



$C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6 \cdot H_2O$：530.49

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide monotartrate monohydrate ［*24305-27-9*，プロチレリン］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロチレリン酒石酸塩（$C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$：512.47）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 187 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）1 mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液（1 → 2000）2 mL 及び pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品 0.03 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品 0.20 g をとり，6 mol/L 塩酸試液 5.0 mL を加え，還流冷却器を付け，7 時間煮沸する．冷後，この液 2.0 mL をとり，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を水 2.0 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-グルタミン酸 22 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 32 mg，L-プロリン 17 mg をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 2.0 mL を加え，加温して溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（4：1：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（4） 本品の水溶液（1 → 40）は酒石酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－50.0 ～ －53.0°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を磁製るつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.60 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（1）に，試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（2）にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（6：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．薄層板（1）にスルファニル酸の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200）/亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）混液（1：1）を均等に噴霧した後，風乾する．次に炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 10）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板（2）にニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，着色したスポットを認めない．

水　分〈2.48〉 4.5 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 51.25 mg $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$

貯　法　容　　器　密閉容器．

プロテイン銀

Silver Protein

本品は銀及びたん白質の化合物である．

本品は定量するとき，銀（Ag：107.87）7.5 ～ 8.5 % を含む．

性　状　本品はうすい黄褐色～褐色の粉末で，においはない．

本品 1 g は水 2 mL に徐々に溶け，エタノール (95)，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 8.5 である．

本品はやや吸湿性である．

本品は光によって変化する．

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 10 mL に希塩酸 2 mL を加え，5 分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 5 mL を加えた後，薄めた硫酸銅 (Ⅱ) 試液 (2 → 25) 2 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL に塩化鉄 (Ⅲ) 試液を滴加するとき，液は退色し，徐々に沈殿を生じる．

(3) 本品 0.2 g 強熱して灰化し，残留物に硝酸 1 mL を加え，加温して溶かし，水 10 mL を加えた液は，銀塩の定性反応 (1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 銀塩 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，ろ過した液にクロム酸カリウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

定量法 本品約 1 g を精密に量り，100 mL の分解フラスコにとり，硫酸 10 mL を加え，漏斗をのせ，5 分間煮沸する．冷後，硝酸 3 mL を注意して滴加し，30 分間煮沸を避けて加熱する．冷後，硝酸 1 mL を加えて煮沸し，必要ならばこの操作を繰り返し，液が冷時，無色となるまで煮沸する．冷後，この液を水 100 mL を用いて 250 mL の三角フラスコに移し，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する (指示薬：硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液 3 mL)．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 10.79 mg Ag

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

プロテイン銀液

Silver Protein Solution

本品は定量するとき，銀 (Ag：107.87) 0.22 ～ 0.26 w/v% を含む．

製法

プロテイン銀	30 g
グリセリン	100 mL
ハッカ水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性状 本品は褐色澄明の液で，ハッカ油のにおいがある．

確認試験

(1) 本品 1 mL にエタノール (95) 10 mL を混和した後，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，直ちに塩化銅 (Ⅱ) 二水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 1 mL を加え，振り混ぜてろ過するとき，ろ液は青色を呈する (グリセリン)．

(2) 本品 3 mL をとり，水を加えて 10 mL とし，これに希塩酸 2 mL を加え，5 分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 5 mL を加えた後，薄めた硫酸銅 (Ⅱ) 試液 (2 → 25) 2 mL を加えるとき，液は紫色を呈する (プロテイン銀)．

(3) (2) の試料溶液 5 mL に塩化鉄 (Ⅲ) 試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる (プロテイン銀)．

(4) 本品 3 mL をるつぼに入れ，注意して加熱し，ほとんど乾固した後，徐々に強熱して灰化し，残留物に硝酸 1 mL を加え，加温して溶かし，水 10 mL を加えた液は銀塩の定性反応 (1)〈*1.09*〉を呈する．

定量法 本品 25 mL を正確に量り，250 mL のケルダールフラスコに入れ，グリセリンの白煙を生じるまで注意して加熱する．冷後，硫酸 25 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，5 分間弱く加熱する．冷後，硝酸 5 mL を徐々に滴加し，水浴中で時々振り混ぜながら 45 分間加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて静かに煮沸し，冷時，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．注意してフラスコの内容物を水 250 mL で 500 mL の三角フラスコに洗い込み，5 分間弱く煮沸し，冷後，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する (指示薬：硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液 3 mL)．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 10.79 mg Ag

貯法

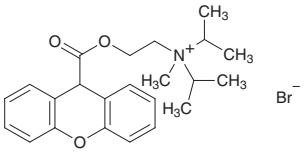
保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

プロパンテリン臭化物

Propantheline Bromide

臭化プロパンテリン



$C_{23}H_{30}BrNO_3$：448.39

N–Methyl–*N*,*N*–bis(1–methylethyl)–2–[(9*H*–xanthen–9–ylcarbonyl)oxy]ethylaminium bromide [*50–34–0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロパンテリン臭化物 ($C_{23}H_{30}BrNO_3$) 98.0 ～ 102.0 % を含む．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は水，エタノール (95)，酢酸 (100) 又はクロロホルムに極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

融点：約 161 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，沸騰するまで加熱し，更に 2 分間加熱を続けた後，60 ℃ に冷却し，希塩酸 5 mL を加える．冷後，沈殿をろ取し，水でよく洗い，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 217 ～ 222 ℃ である．

（2） （1）で得た結晶 0.01 g を硫酸 5 mL に溶かすとき，液はさえた黄色～黄赤色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　キサンテン-9-カルボン酸及びキサントン　本品 10 mg をとり，クロロホルム 2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にキサンテン-9-カルボン酸 1.0 mg 及びキサントン 1.0 mg をとり，クロロホルム 40 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，直ちに薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットし，10 分間風乾する．次に，1,2-ジクロロエタン/メタノール/水/ギ酸混液（56：24：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，それぞれ標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

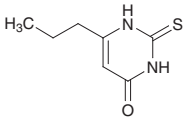
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.84 mg $C_{23}H_{30}BrNO_3$

貯　法　容　　器　密閉容器．

プロピルチオウラシル
Propylthiouracil



$C_7H_{10}N_2OS$：170.23

6-Propyl-2-thiouracil ［*51-52-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に臭素試液 7 mL を加え，1 分間よく振り混ぜ，試液の色が消えるまで加熱し，冷後，ろ過し，ろ液に水酸化バリウム試液 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，沈殿は 1 分間以内に紫色に変わらない．

（2） 本品の熱飽和水溶液 5 mL にペンタシアノアンミン鉄（Ⅱ）酸ナトリウム *n* 水和物溶液（1 → 100）2 mL を加えるとき，液は緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉 218 ～ 221 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品を乳鉢を用いて微細な粉末とし，その 0.75 g に水 25 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液が 30 mL となるまで水で洗い，ろ液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.077 % 以下）．

（2） チオ尿素　本品 0.30 g に水 50 mL を加え，還流冷却器を付け，5 分間加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液 10 mL にアンモニア試液 3 mL を加えてよく振り混ぜた後，硝酸銀試液 2 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：チオ尿素 60 mg を正確に量り，水に溶かし正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 10 mL をとり，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水 30 mL を加え，ビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を加え，沸騰するまで加熱し，かき混ぜて溶かす．フラスコの壁に付いた固形物を少量の水で洗い込み，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を加え，5 分間穏やかに煮沸した後，ブロモチモールブルー試液 1 ～ 2 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL
= 8.512 mg $C_7H_{10}N_2OS$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

プロピルチオウラシル錠
Propylthiouracil Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するプロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$：170.23）を含む．

製　法　本品は「プロピルチオウラシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「プロピルチオウラシル」0.3 g に対応する量をとり，アンモニア試液 5 mL を加え，時々振り混ぜながら 5 分間放置した後，水 10 mL

を加えて遠心分離する．上澄液に酢酸（31）を加え，生じた沈殿をろ取し，水から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 218 ～ 221 ℃ である．また，このものにつき，「プロピルチオウラシル」の確認試験を準用する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用プロピルチオウラシルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かして正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 274 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

W_S：定量用プロピルチオウラシルの秤取量（mg）

C：1 錠中のプロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）約 0.3 g に対応する量を精密に量り，ソックスレー抽出器に入れ，アセトン 100 mL を用いて 4 時間抽出する．抽出液を水浴上で加温してアセトンを留去し，残留物に水 30 mL を加え，以下「プロピルチオウラシル」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL

= 8.512 mg $C_7H_{10}N_2OS$

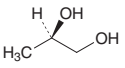
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

プロピレングリコール

Propylene Glycol



及び鏡像異性体

$C_3H_8O_2$：76.09

(2*RS*)−Propane−1,2−diol ［*57−55−6*］

性 状 本品は無色澄明の粘稠性のある液で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はピリジンと混和する．

本品はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 2 ～ 3 滴にトリフェニルクロロメタン 0.7 g を混和し，ピリジン 1 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する．冷後，アセトン 20 mL を加え，加温して溶かし，活性炭 0.02 g を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液が約 10 mL となるまで濃縮し，冷却する．析出した結晶をろ取し，デシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 174 ～ 178 ℃ である．

（2） 本品 1 mL に硫酸水素カリウム 0.5 g を加え，穏やかに加熱するとき，特異なにおいを発する．

比 重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.035 ～ 1.040

純度試験

（1） 酸 本品 10.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を混和し，フェノールフタレイン試液 5 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液は赤色である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.007 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.002 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） グリセリン 本品 1.0 g を硫酸水素カリウム 0.5 g に加え，加熱して蒸発乾固するとき，アクロレインのにおいを発しない．

水 分〈2.48〉 0.5 % 以下（2 g，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 本品約 20 g を質量既知のるつぼに入れ，その質量を精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸 0.2 mL で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残留物の量は 0.005 % 以下である．

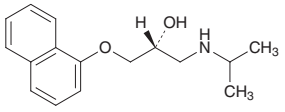
蒸留試験〈2.57〉 184 ～ 189 ℃，95 vol% 以上．

貯 法 容 器 気密容器．

プロプラノロール塩酸塩

Propranolol Hydrochloride

塩酸プロプラノロール



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl：295.80

(2*RS*)−1−(1−Methylethyl)amino−3−(naphthalen−1−yloxy)propan−2−ol monohydrochloride ［*318−98−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロプラノロール塩

酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 40）は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に帯黄白色～淡褐色になる．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

融　点〈*2.60*〉　163 ～ 166 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロプラノロール以外のピーク面積は，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のプロプラノロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：292 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.6 g 及びリン酸テトラブチルアンモニウム 0.31 g を水 450 mL に溶かし，硫酸 1 mL 及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 550 mL を加えた後，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，pH 3.3 に調整する．

流量：プロプラノロールの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：プロプラノロールの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たプロプラノロールのピーク面積が，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の 17 ～ 33 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロプラノロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロプラノロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.58 mg $C_{16}H_{21}NO_2$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

プロプラノロール塩酸塩錠

Propranolol Hydrochloride Tablets

塩酸プロプラノロール錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl：295.80）を含む．

製　法　本品は「プロプラノロール塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 288 ～ 292 nm 及び　317 ～ 321 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 20 mL を加えて錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．次にメタノール 50 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）約 20 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量（mg）
C：1 錠中のプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の表示量（mg）

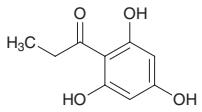
定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）約 20 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 60 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

フロプロピオン
Flopropione



$C_9H_{10}O_4$：182.17
1-(2,4,6-Trihydroxyphenyl)propan-1-one　［*2295-58-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄褐色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200）1 mL に水 4 mL 及び硝酸鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　177 ～ 181 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液 H より濃くない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（40：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧し，冷風で約 5 分間乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，N,N-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 18.22 mg $C_9H_{10}O_4$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

フロプロピオンカプセル
Flopropione Capsules

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するフロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$：182.17）を含む．

製　法　本品は「フロプロピオン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「フロプロピオン」60 mg に対応する量をとり，水 40 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．
（2）　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「フロプロピオン」90 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）100 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にエタノール（99.5）を加えて 50 mL とする．この液 5 mL にエタノール（99.5）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水/リン酸混液（86：1）43 mL を加え，50 ℃ の水浴中で崩壊させる．冷後，表示量に従い 1 mL 中にフロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）0.4 mg を含む液になるようにアセトニトリルを加えて正確に V mL とする．この液を 10 分間かき混ぜた後，その一部をとり，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液を 10 分間かき混ぜた後，その一部をとり，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用フロプロピオン（別途「フロプロピオン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 40 mg を精密に量り，移動相 70 mL を加え，10 分間超音波を照射して溶かした後，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のフロプロピオンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

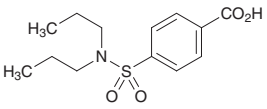
フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：267 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：アセトニトリル/水/リン酸混液（114：86：1）
流量：フロプロピオンの保持時間が約 3 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：フロプロピオン 50 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 20 mL をとり，別にパラオキシ安息香酸エチル 25 mg を量り，アセトニトリル 30 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とした液 25 mL を加えた後，移動相を加えて 50 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，フロプロピオン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フロプロピオンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

プロベネシド
Probenecid



$C_{13}H_{19}NO_4S$：285.36
4-(Dipropylaminosulfonyl)benzoic acid　[*57-66-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は初めわずかに苦く，後に不快な苦みになる．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

融点：198 ～ 200 ℃

確認試験
（1）　本品を強熱するとき，二酸化イオウのにおいを発する．
（2）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロベネ

シド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 酸　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 100 mL 及び硝酸 1 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する．冷後，必要ならば水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g に水 100 mL 及び塩酸 1 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する．冷後，必要ならば水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 28.54 mg $C_{13}H_{19}NO_4S$

貯 法 容 器　密閉容器．

プロベネシド錠
Probenecid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$：285.36）を含む．

製 法　本品は「プロベネシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロベネシド」0.5 g に対応する量をとり，エタノール（95）50 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発し，約 20 mL とする．冷後，析出した結晶をろ取し，希エタノール 50 mL から再結晶し，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その融点は〈*2.60*〉198 ～ 200 ℃ である．また，このものにつき，「プロベネシド」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の乾燥した結晶のエタノール（95）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 224 ～ 226 nm 及び 247 ～ 249 nm に吸収の極大を示し，234 ～ 236 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）約 14 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 244 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：プロベネシド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のプロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，エタノール（95）200 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え，70 ℃ の水浴上で時々振り混ぜながら 30 分間加熱する．冷後，エタノール（95）を加えて正確に 250 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール（95）を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール（95）を加えて溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール（95）を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL にエタノール（95）を加えて正確に 250 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

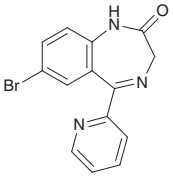
プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：プロベネシド標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器　密閉容器．

ブロマゼパム

Bromazepam



$C_{14}H_{10}BrN_3O$：316.15

7-Bromo-5-(pyridin-2-yl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*1812-30-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロマゼパム（$C_{14}H_{10}BrN_3O$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はアセトンに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg をアセトン/メタノール混液（3：2）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトン/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトン/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）/エタノール（99.5）混液（38：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

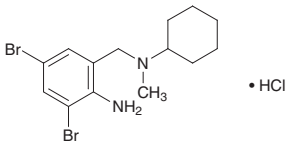
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.62 mg $C_{14}H_{10}BrN_3O$

貯 法 容 器　密閉容器．

ブロムヘキシン塩酸塩

Bromhexine Hydrochloride

塩酸ブロムヘキシン



$C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl：412.59

2-Amino-3,5-dibromo-*N*-cyclohexyl-*N*-methylbenzylamine monohydrochloride ［*611-75-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロムヘキシン塩酸塩（$C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくい．

本品の飽和水溶液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融点：約 239 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 3 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 1 g に水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 4 回抽出する．水層をとり，希硝酸で中和した液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブロムヘキシン以外のピーク面積は，それぞれ標準溶液のブロムヘキシンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.0 g を 900 mL の水に溶かし，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 200 mL をとり，アセトニトリル 800 mL を加える．

流量：ブロムヘキシンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：硫酸バメタン 0.05 g に試料溶液 0.5 mL を加え，移動相に溶かし 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，バメタン，ブロムヘキシンの順に溶出し，その分離度が 7 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たブロムヘキシンのピーク高さが 5 ～ 15 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブロムヘキシンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，50 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.26 mg $C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl

貯 法

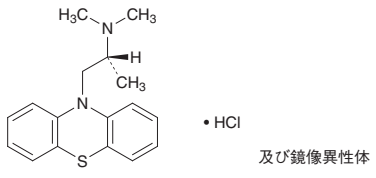
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

プロメタジン塩酸塩

Promethazine Hydrochloride

塩酸プロメタジン



• HCl

及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}N_2S$・HCl：320.88

(2*RS*)-*N*,*N*-Dimethyl-1-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propan-2-ylamine monohydrochloride ［*58-33-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロメタジン塩酸塩（$C_{17}H_{20}N_2S$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

本品の水溶液（1 → 25）は旋光性を示さない．

融点：約 223 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する．ろ液 5 mL に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本操作は，直射日光を避けて行う．本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本操作は，直射日光を避けて行う．本品 0.10 g をとり，エタノール（95）5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン 20 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.09 mg $C_{17}H_{20}N_2S$・HCl

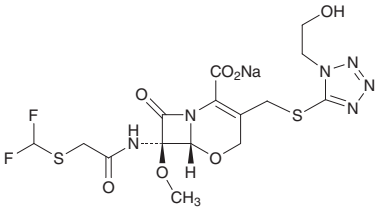
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フロモキセフナトリウム

Flomoxef Sodium



$C_{15}H_{17}F_2N_6NaO_7S_2$：518.45

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{[(difluoromethylsulfanyl)acetyl]amino}-3-[1-(2-hydroxyethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-7-methoxy-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*92823-03-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 870 ～ 985 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，フロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$：496.47）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により分解する．この検液 2 mL にアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液の混液（1：1：1）1.5 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.5 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 3.7 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を，δ 5.2 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：1 である．

（5）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−8 ～ −13°（脱水物に換算したもの 1 g，水/エタノール（99.5）混液（4：1），50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を石英製のるつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，注意して加熱する．液が無色～淡黄色となるまで時々硝酸 2 mL を加えながら加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム試液 10 mL を加え，白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～ 3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とした液を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 10 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液と同様に操作する（2 ppm 以下）．

（4）　1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量は，脱水物に換算した本品の 1.0 % 以下である．

1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール（$C_3H_6N_4OS$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）

内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定量法　本品及びフロモキセフトリエチルアンモニウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフロモキセフのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：246 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.94 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及び臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.60 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 750 mL にメタノール 250 mL を加える．

流量：フロモキセフの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，フロモキセフ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフロモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

注射用フロモキセフナトリウム

Flomoxef Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するフロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$：496.47）を含む．

製　法　本品は「フロモキセフナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験　本品につき，「フロモキセフナトリウム」の確認試験（3）を準用する．

pH 〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」0.5 g（力価）に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール　定量法で得た試料溶液を試料溶液とする．別に 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量は，本品 1 g（力価）当たり 10 mg 以下である．

1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール（$C_3H_6N_4OS$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）

内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

試験条件

「フロモキセフナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得た 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が，標準溶液の 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.025 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性 〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量り，内容物の平均質量を求める．内容物約 1 g をシャーレに薄く広げ，臭化マグネシウム飽和溶液を入れた恒湿器中に遮光して放置し，水分を平衡化させる．その約 0.1 g につき，水分の項に準じて水分を測定しておく．本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にフロモキセフトリエチルアンモニウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．以下「フロモキセフナトリウム」の定量法を準用する．

フロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取量［mg(力価)］

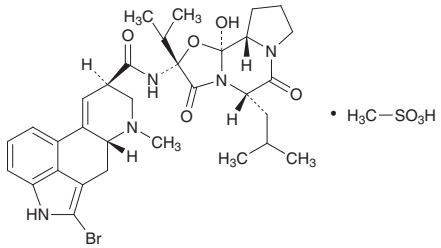
内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

貯　法　容　　器　密封容器．本品はポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

ブロモクリプチンメシル酸塩

Bromocriptine Mesilate

メシル酸ブロモクリプチン



$C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：750.70

(5′*S*)-2-Bromo-12′-hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(2-methylpropyl)ergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate　［*22260-51-1*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブロモクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微帯黄白色又は微帯褐白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，無水酢酸，ジクロロメタン又はクロロホルムに極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は帯紫青色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+95 ～ +105°〔乾燥物に換算したもの 0.1 g，メタノール/ジクロロメタン混液（1：1），10 mL，100 mm〕．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 2.5 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をとり，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確にとり，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．この液 10 mL を正確にとり，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に 1 cm の帯状にスポットする．直ちにジクロロメタン/1，4-ジオキサン/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（1800：150：50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を減圧で 30 分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後，薄層板をガラス板で覆い観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ主スポット以外のスポットのうち標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは，1 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，80 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：1）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
$=$ 75.07 mg $C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

貯　法

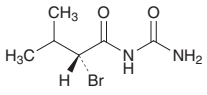
保存条件　遮光して，−18 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ブロモバレリル尿素

Bromovalerylurea

ブロムワレリル尿素



及び鏡像異性体

$C_6H_{11}BrN_2O_2$：223.07

(2*RS*)−(2−Bromo−3−methylbutanoyl)urea ［*496−67−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロモバレリル尿素（$C_6H_{11}BrN_2O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は硫酸，硝酸又は塩酸に溶けるが，これに水を加えるとき，沈殿を生じる．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．この液に過量の希硫酸を加えて煮沸するとき，吉草酸のにおいを発する．

（2）　本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加え，徐々に加熱して完全に分解し，残留物を熱湯 5 mL に溶かし，冷後，酢酸（31）を加えて酸性とし，ろ過する．ろ液は臭化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　151 ～ 155 ℃

純度試験

（1）　液性　本品 1.5 g に水 30 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過するとき，液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉（1）のろ液 10 mL をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 %以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉（1）のろ液 10 mL をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g をとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かした液を検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

（6）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，80 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，300 mL の三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え，還流冷却器を付け，20 分間穏やかに煮沸する．冷後，水 30 mL を用いて還流冷却器の下部及び三角フラスコの口部を洗い，洗液を三角フラスコの液と合わせ，硝酸 5 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

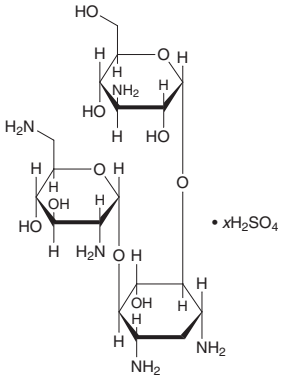
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 22.31 mg $C_6H_{11}BrN_2O_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

ベカナマイシン硫酸塩

Bekanamycin Sulfate

硫酸ベカナマイシン



$C_{18}H_{37}N_5O_{10}\cdot xH_2SO_4$

3−Amino−3−deoxy−α−D−glucopyranosyl−(1→6)−[2,6−diamino−2,6−dideoxy−α−D−glucopyranosyl−(1→4)]−2−deoxy−D−streptamine sulfate ［*70550−99−1*］

本品は，*Streptomyces kanamyceticus* の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 680 ～ 770 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ベカナマイシン（$C_{18}H_{37}N_5O_{10}$：483.51）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 20 mg を pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液 2 mL に溶かし，ニンヒドリン試液 1 mL を加えて煮沸するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品及びベカナマイシン硫酸塩標準品 30 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1−ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）　本品の水溶液（1 → 5）に塩化バリウム試液 1 滴を

加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：＋102 ～ ＋116°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.50 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 60 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH〈2.54〉は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 ベカナマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

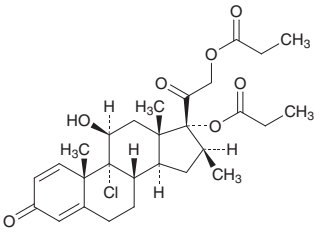
（iv） 試料溶液 本品 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル

Beclometasone Dipropionate

プロピオン酸ベクロメタゾン



$C_{28}H_{37}ClO_7$：521.04

9-Chloro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-dipropanonate ［*5534-09-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベクロメタゾンプロピオン酸エステル（$C_{28}H_{37}ClO_7$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性状 本品は白色～微黄色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 208 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は初め帯黄色を呈し，徐々にだいだい色を経て暗赤褐色に変わる．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は帯青緑色に変わり，綿状の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色～赤褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.02 g をとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品をそれぞれエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：＋88 ～ ＋94°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．

試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/メタノール/水混液（475：25：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル（$C_{28}H_{37}ClO_7$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのメタノール溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（3：2）

流量：ベクロメタゾンプロピオン酸エステルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

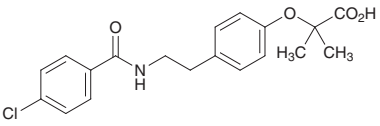
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベクロメタゾンプロピオン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ベザフィブラート

Bezafibrate



$C_{19}H_{20}ClNO_4$：361.82

2-(4-{2-[(4-Chlorobenzoyl)amino]ethyl}phenoxy)-2-methylpropanoic acid

[*41859-67-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉 を行うとき，緑色を呈する．

融 点 〈*2.60*〉 181 ～ 186 ℃

純度試験

（1） 塩化物 〈*1.03*〉 本品 3.0 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 15 mL に溶かし，水を加えて 60 mL とし，よく振り混ぜ 12 時間以上放置した後，ろ過し，ろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.012 % 以下）．

（2） 重金属 〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 35 mL に溶かし，更に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール 70 mL を加え，更に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベザフィブラートのピークに対する相対保持時間約 0.65 及び 1.86 のピークの面積はそれぞれ標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 1/2 より大きくなく，その他のピークの面積は標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 1/5 より大きくな

い．また，試料溶液のベザフィブラート以外のピークの合計面積は，標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 3/4 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 100）混液（9：4）

流量：ベザフィブラートの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベザフィブラートの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，メタノール/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 μL から得たベザフィブラートのピーク面積が標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 20 mg 及び 4-クロロ安息香酸 10 mg をメタノール 70 mL に溶かし，更に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-クロロ安息香酸，ベザフィブラートの順に溶出し，4-クロロ安息香酸とベザフィブラートの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベザフィブラートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，エタノール（99.5）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 〈2.50〉 する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 36.18 mg $C_{19}H_{20}ClNO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ベザフィブラート徐放錠
Bezafibrate Sustained Release Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$：361.82）を含む．

製 法 本品は「ベザフィブラート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ベザフィブラート」0.1 g に対応する量をとり，メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性 〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，1.5 時間後，2.5 時間後及び 8 時間後にそれぞれ溶出液 20 mL を正確にとり，直ちに 37 ± 0.5 ℃ に加温した pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20 mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）約 13 μg を含む液となるように pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ベザフィブラートを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 66 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長 228 nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定するとき，本品の 100 mg 錠の 1.5 時間，2.5 時間及び 8 時間後の溶出率はそれぞれ 15 ～ 45 %，35 ～ 65 % 及び 80 % 以上であり，200 mg 錠の 1.5 時間，2.5 時間及び 8 時間後の溶出率はそれぞれ 15 ～ 45 %，30 ～ 60 % 及び 75 % 以上である．

n 回目の溶出液採取時におけるベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）の表示量に対する溶出率（%）（$n = 1, 2, 3$）

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S：定量用ベザフィブラートの秤取量（mg）

C：1 錠中のベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 60 mL を加え，内標準溶液 10 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜる．次に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 100 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ベザフィブラートを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノール 60 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベザフィブラートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ベザフィブラートの秤取量（mg）

内標準溶液　4-ニトロフェノールのメタノール溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 100）混液（9：4）

流量：ベザフィブラートの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベザフィブラートの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

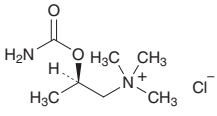
システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベザフィブラートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ベタネコール塩化物

Bethanechol Chloride

塩化ベタネコール


及び鏡像異性体

$C_7H_{17}ClN_2O_2$：196.68

(2*RS*)-2-Carbamoyloxy-*N*,*N*,*N*-trimethylpropylaminium chloride ［*590-63-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタネコール塩化物（$C_7H_{17}ClN_2O_2$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 40）2 mL に塩化コバルト（Ⅱ）六水和物溶液（1 → 100）0.1 mL を加え，更にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は緑色を呈し，この色は 10 分以内にほとんど退色する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にヨウ素試液 0.1 mL を加えるとき，褐色の沈殿を生じ，液は帯緑褐色を呈する．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　217 ～ 221 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 1.0 g を水 2.5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）2 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

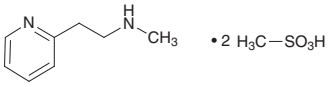
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.67 mg $C_7H_{17}ClN_2O_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

ベタヒスチンメシル酸塩

Betahistine Mesilate

メシル酸ベタヒスチン



$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$：328.41

N-Methyl-2-pyridin-2-ylethylamine dimethanesulfonate ［*5638-76-6*，ベタヒスチン］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 30 mg に硝酸ナトリウム 0.1 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えてよくかき混ぜ，徐々に加熱する．冷後，残留物を希塩酸 2 mL 及び水 10 mL に溶かし，必要ならばろ過し，ろ液に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

融　点〈2.60〉 110 ～ 114 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg を水/アセトニトリル混液（63：37）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 1/10 より大きくない．また，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：261 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 5 mL 及び酢酸（100）20 mL に水を加え，1000 mL とする．この液 630 mL にラウリル硫酸ナトリウム 2.3 g を加えて溶かし，アセトニトリル 370 mL を加える．

流量：ベタヒスチンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たベタヒスチンのピーク面積が，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：メシル酸ベタヒスチン 10 mg 及び 2-ビニルピリジン 10 mg を水/アセトニトリル混液（63：37）50 mL に溶かす．この液 2 mL を量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-ビニルピリジン，ベタヒスチンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，酸化リン（V），減圧，70 ℃，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）1 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.42 mg $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$

貯 法 容　器 気密容器．

ベタヒスチンメシル酸塩錠

Betahistine Mesilate Tablets

メシル酸ベタヒスチン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$：328.41）を含む．

製　法 本品は「ベタヒスチンメシル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 定量法の試料溶液 5 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 259 ～ 263 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品 20 個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「ベタヒスチンメシル酸塩」約 50 mg に対応する量をとり，水/アセトニトリル混液（63：37）10 mL を加え，10 分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタヒスチンに対する相対保持時間約 1.9 のピーク面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 3/5 より大きくない．また，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保持時間の約 8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 50 mL とす

る．この液 20 μL から得たベタヒスチンのピーク面積が，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：メシル酸ベタヒスチン 10 mg 及び 2-ビニルピリジン 10 mg を水/アセトニトリル混液（63：37）50 mL に溶かす．この液 2 mL を量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-ビニルピリジン，ベタヒスチンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，1 mL 中にベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）約 0.4 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液 V mL を正確に加え，錠剤が崩壊するまで約 10 分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 250)$

W_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）約 6.7 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン（V）を乾燥剤として 70 ℃ で 24 時間減圧乾燥し，その約 17 mg を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタヒスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量（mg）
C：1 錠中のベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタヒスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加え，10 分間超音波処理した後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン（V）を乾燥剤として 70 ℃ で 24 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタヒスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量（mg）

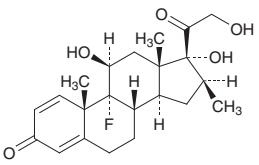
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：261 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：ジエチルアミン 5 mL 及び酢酸（100）20 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液 630 mL にラウリル硫酸ナトリウム 2.3 g を加えて溶かした後，アセトニトリル 370 mL を加える．
流量：ベタヒスチンの保持時間が約 5 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタヒスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

ベタメタゾン

Betamethasone

ベタメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione ［*378-44-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）96.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 10 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 1.0 mg をエタノール（95）10 mL に溶かす．この液 2.0 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え，振り混ぜた後，60 ℃ の水浴中で 20 分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール（95）2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベタメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びベタメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+118 ～ +126°（乾燥後，0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 10 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（385：75：40：6）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（0.1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びベタメタゾン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 1750）．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾン錠

Betamethasone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 107.0 % に対応するベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46）を含む．

製　法　本品は「ベタメタゾン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ベタメタゾン」2

mg に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物をメタノール 2 mL に溶かし，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品 2 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/無水酢酸混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）約 50 μg を含む液となるように水 V mL を加える．次に，その 50 μg 当たり内標準溶液 2 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加えて，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 400)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 40000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶出性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）約 0.56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 5)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（3：2）

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，水 25 mL を加え，内標準溶液 50 mL を正確に加えた後，10 分間激しく振り混ぜる．この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，水 5 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 4)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

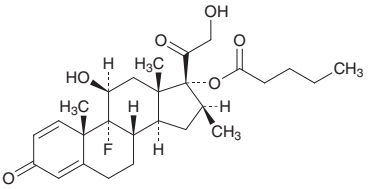
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）
流量：ベタメタゾンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル

Betamethasone Valerate
吉草酸ベタメタゾン



$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58
9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17-pentanoate ［*2152-44-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．
本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．
融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験
（1）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン吉草酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+77 ～ +83°（乾燥後，0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避けて行う．本品 0.02 g をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びベタメタゾン吉草酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸イソアミルのメタノール溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.0 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/水混液（7：3）
流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム

Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Cream
吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシンクリーム

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応

するベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58）及び表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するゲンタマイシン C_1（$C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60）を含む．

製　法　本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」1.2 mg に対応する量をとり，メタノール 20 mL 及びヘキサン 20 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜ，静置する．下層 15 mL をとり，水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物に酢酸エチル 1 mL を加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品 18 mg を酢酸エチル 20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチルを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し，100 ℃ で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」2 mg（力価）に対応する量をとり，酢酸エチル 20 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．下層 3 mL をとり，希水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びニンヒドリン試液 2 mL を加え，90 ～ 95 ℃ の水浴中で 10 分間加熱するとき，液は紫～暗紫色を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」6 mg に対応する量をとり，水 15 mL を加え，水浴上で加温しながらよくかき混ぜて乳濁液とし，冷却した液の pH は，4.0 ～ 6.0 である．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」約 1 mg に対応する量をとり，メタノール/水混液（7：3）10 mL を加える．これを 60 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この操作を 2 回行う．次に 15 分間氷冷した後，5 分間遠心分離し，液面の泡を除き，ろ過する．初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 150 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ベタメタゾン吉草酸エステル以外のそれぞれのピークの量は 3.5 % 以下である．また，ベタメタゾン吉草酸エステル以外のピークの合計は 7.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液（12：7：1）

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 16 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間の約 2.5 倍の範囲．ただし，製剤配合成分由来のピークは測定しない．

システム適合性

検出の確認：「ベタメタゾン吉草酸エステル」20 mg をメタノール/水混液（7：3）100 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 2.5 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 150 μL から得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 150 μL から得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 150 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 150 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法

（1）　ベタメタゾン吉草酸エステル　本品の表示量に従いベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，メタノール/水混液（7：3）10 mL を加え，更に内標準溶液 10 mL を正確に加える．これを 60 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この操作を 2 回行う．次に 15 分間氷冷した後，5 分間遠心分離し，上澄液をろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロピオン酸ベクロメタゾン 20 mg をメタノール 10 mL に溶かし，メタノール/水混液（7：3）を加えて 200 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 2.1 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3.5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（13：7）
流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 16 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） ゲンタマイシン硫酸塩　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．
（i） 試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．
（ii） 試料溶液　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」約 1 mg（力価）に対応する量を精密に量り，あらかじめ約 85 ℃ に加温した pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加えてよく振り混ぜて溶かす．冷後，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 250 mL とし，1 mL 中に 4 μg（力価）を含む高濃度試料溶液とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 1 μg（力価）を含むように調製し，低濃度試料溶液とする．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩軟膏

Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Ointment
吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 110.0 % に対応するベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58）及び表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するゲンタマイシン C_1（$C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60）を含む．

製　法　本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験
（1） 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」1.2 mg に対応する量をとり，メタノール 20 mL 及びヘキサン 20 mL を加え，超音波処理して本品を分散させる．5 分間激しく振り混ぜ，5 分間遠心分離した後，15 分間氷冷して下層 15 mL をとり，水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物に酢酸エチル 1 mL を加えて超音波処理し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品 18 mg を酢酸エチル 20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチルを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し，100 ℃ で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．
（2） 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」2 mg（力価）に対応する量をとり，ヘキサン 20 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．下層 3 mL をとり，希水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びニンヒドリン試液 2 mL を加え，90 ～ 95 ℃ の水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤褐色を呈する．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」6 mg に対応する量をとり，水 15 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水層を分取した液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

定 量 法
（1） ベタメタゾン吉草酸エステル　本品の表示量に従いベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，メタノール/水混液（7：3）10 mL を加え，更に内標準溶液 10 mL を正確に加える．これを 75 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，10 分間激しく振り混ぜる．この操作を 2 回行う．次に 15 分間氷冷した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロピオン酸ベクロメタゾン 20 mg をメタノール 10 mL に溶かし，メタノール/水混液（7：3）を加えて 200 mL とする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 2.1 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3.5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/水混液（13：7）
流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 16 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） ゲンタマイシン硫酸塩　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

（ii） 試料溶液　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」約 1 mg（力価）に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，石油エーテル 50 mL を加え，更に pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を正確に加えて 10 分間振り混ぜる．下層液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

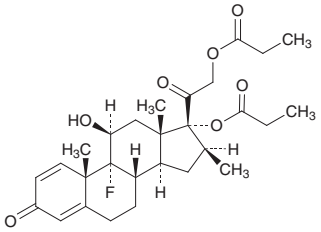
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル

Betamethasone Dipropionate

ジプロピオン酸ベタメタゾン



$C_{28}H_{37}FO_7$：504.59

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-dipropanonate ［*5593-20-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾンジプロピオン酸エステル（$C_{28}H_{37}FO_7$）97.0 ～ 103.0 % を含み，またフッ素（F：19.00）3.4 ～ 4.1 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトン，1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水又はヘキサンにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）1 mL にイソニアジド試液 4 mL を加え，水浴上で 2 分間加熱するとき，液は黄色を呈する．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+63 ～ +70°（乾燥後，50 mg，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 176 ～ 180 ℃

純度試験

（1） フッ化物　本品 0.10 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，孔径 0.4 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする，これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（0.012 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法

（1） ベタメタゾンジプロピオン酸エステル　本品を乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸

光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 239 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル($C_{28}H_{37}FO_7$)の量 (mg)
$= (A / 312) \times 10000$

（2） フッ素　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯　法

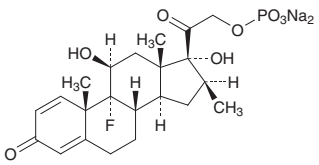
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム

Betamethasone Sodium Phosphate

リン酸ベタメタゾンナトリウム



$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$：516.40

Disodium 9-fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-phosphate ［*151-73-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，においはない．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

融点：約 213 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は褐色を呈し，徐々に黒褐色に変わる．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.04 g を白金るつぼにとり，加熱して炭化する．冷後，硝酸 5 滴を加え，強熱し，灰化する．残留物に薄めた硝酸（1 → 50）10 mL を加えて数分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過し，試料溶液とする．試料溶液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+99 ～ +105°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 9.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 遊離リン酸　本品約 20 mg を精密に量り，水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．別にリン酸標準液 4 mL を正確に量り，水 20 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに希硫酸 7 mL，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2 mL 及び硫酸 4-メチルアミノフェノール試液 2 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，20 ±1 ℃ で 15 分間放置した後，それぞれに水を加えて正確に 50 mL とし，20±1 ℃ で 15 分間放置する．これらの液につき，水 20 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 730 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 0.5 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 10.32$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

（3） ベタメタゾン　本品 20 mg をとり，メタノール 2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品 20 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に新たに調製した 1-ブタノール/水/無水酢酸混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量（mg）

内標準溶液：パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.6 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.2 g 及びリン酸二水素カリウム 6.9 g を水 1000 mL に溶かした液にメタノール 1500 mL を加える．

流量：ベタメタゾンリン酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

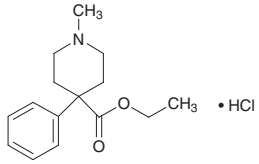
貯　法　容　　器　気密容器．

ペチジン塩酸塩

Pethidine Hydrochloride

塩酸ペチジン

オペリジン



$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79

Ethyl 1-methyl-4-phenylpiperidine-4-carboxylate monohydrochloride ［*50-13-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 5.8 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　187 ～ 189 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.05 g を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペチジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のペチジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：257 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）1000 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：ペチジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペチジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たペチジンのピーク面積が，標準溶液のペチジンのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 2 mL 及びパラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液（1 → 50000）2 mL に移動相を加えて 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペチジン，パラオキシ安息香酸イソアミルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペチジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.38 mg $C_{15}H_{21}NO_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ペチジン塩酸塩注射液

Pethidine Hydrochloride Injection

塩酸ペチジン注射液

オペリジン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79）を含む．

製 法 本品は「ペチジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：4.0 ～ 6.0

確認試験 本品の表示量に従い「ペチジン塩酸塩」0.1 g に対応する容量をとり，水を加えて 200 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 250 ～ 254 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とする．この液 5 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ペチジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，更に移動相を加えて 50 mL とする．この液 5 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸ペチジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液（1 → 12500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：257 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）1000 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：ペチジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

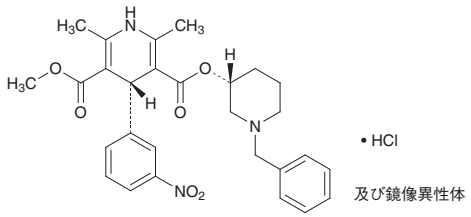
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ベニジピン塩酸塩

Benidipine Hydrochloride

塩酸ベニジピン



$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl：542.02

3-[(3*RS*)-1-Benzylpiperidin-3-yl] 5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride ［*91599-74-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL にアンモニア試液 5 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg を水/メタノール混液（1：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約 0.35 のビスベンジルピペリジルエステル体，約 0.75 の酸化体及びその他の類縁物質のピークの面積は標準溶液のベニジピンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のベニジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベニジピンのピーク面積より大きくない．ただし，ビスベンジルピペリジルエステル体及び酸化体のピーク面積はそれぞれ感度係数 1.6 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/テトラヒドロフラン混液（65：27：8）

流量：ベニジピンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベニジピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加え，正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たベニジピンのピーク面積が，標準溶液のベニジピンのピーク面積の 18 ～ 32 % になることを確認する．

システムの性能：本品 6 mg 及びベンゾイン 5 mg を水/メタノール混液（1：1）200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイン，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 3.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，ギ酸 10 mL に溶かし，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 54.20 mg $C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

ベニジピン塩酸塩錠

Benidipine Hydrochloride Tablets

塩酸ベニジピン錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl：542.02）を含む．

製 法 本品は「ベニジピン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ベニジピン塩酸塩」10 mg に対応する量をとり，メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 10 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 235 ～ 239 nm 及び 350 ～ 360 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 酸化体 本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「ベニジピン塩酸塩」20 mg に対応する量をとり，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）約 80 mL を加えてよく振り混ぜた後，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピン 20 mg をとり，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約 0.75 の酸化体のピーク面積は，標準溶液のベニジピンのピーク面積の 1/2 より大きくない．ただし，酸化体のピーク面積は感度係数 1.6 を乗じた値とする．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たベニジピンのピーク面積が標準溶液のベニジピンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸ベニジピン 6 mg 及びベンゾイン 5 mg を水/メタノール混液（1：1）200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイン，ベニジピンの順に溶出し，その分

離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）40 mL を加えて，崩壊するまで振り混ぜた後，表示量に従い 1 mL 中にベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）40 μg を含む液になるように薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 1000)$

W_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾインの水/メタノール混液（1：1）溶液（13 → 200000）

溶出性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，2 mg 錠及び 4 mg 錠は 30 分後，8 mg 錠は 45 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）約 2.2 μg を含む液となるように溶出試験第 1 液を加えて正確に V' mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベニジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 2 mg 錠及び 4 mg 錠の 30 分間の溶出率は 80 % 以上，8 mg 錠の 45 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量（mg）
C：1 錠中のベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の表示量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（11：9）
流量：ベニジピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベニジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定量法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，メノウ製乳鉢を用いて粉末とする．ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）約 8 mg に対応する量を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）約 150 mL を加えてよく振り混ぜた後，更に薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾインの水/メタノール混液（1：1）溶液（13 → 200000）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/テトラヒドロフラン混液（65：27：8）
流量：ベニジピンの保持時間が約 20 分になるように調

整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ヘパリンナトリウム

Heparin Sodium

本品は健康な食用獣の肝，肺又は腸粘膜から得たもので，血液の凝固を遅延する作用があり，肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上，腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含むものである．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，表示単位の 90 ～ 110 % を含む．

本品は原料に用いた器官名を表示する．

性　状　本品は白色～帯灰褐色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　バリウム　本品は 0.03 g を水 3.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3）　総窒素　本品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 によって試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 3.0 % 以下である．

（4）　たん白質　（2）の試料溶液 1.0 mL にトリクロロ酢酸溶液（1 → 5）5 滴を加えるとき，液は沈殿又は混濁を生じない．

乾燥減量 〈*2.41*〉　10 % 以下（20 mg，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉　40 % 以下（乾燥後，20 mg）．

発熱性物質 〈*4.04*〉　ウサギの体重 1 kg につき，本品の表示単位に従い，1 mL 中 1000 単位を含むように生理食塩液を加えて調製した液 2.0 mL を注射し，試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（i）　基質液　*N*–ベンゾイル–L–イソロイシル–L–グルタミル(γ–OR)–グリシル–L–アルギニル–*p*–ニトロアニリド塩酸塩 15 mg を水 20 mL に溶解する．

（ii）　アンチトロンビンⅢ液　ヒト由来アンチトロンビンⅢを水に溶かし，1 mL 中に 1 単位を含む液を調製する．

（iii）　活性化血液凝固Ｘ因子液　ウシ由来活性化血液凝固Ｘ因子を水に溶かし，1 mL 中に 0.426 単位を含む液を調製する．

（iv）　緩衝液　2–アミノ–2–ヒドロキシメチル–1,3–プロパンジオール 6.06 g を水 750 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 8.4 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

（v）　反応停止液　酢酸（100）20 mL に水を加え，40 mL とする．

（vi）　ヘパリン標準液　ヘパリンナトリウム標準品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 10 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液 100 μL に緩衝液を加えて正確に 5 mL とし，標準溶液とする．次の表に従い，標準溶液にアンチトロンビンⅢ液，ヒト正常血漿及び緩衝液を加え，ヘパリン標準液（1），ヘパリン標準液（2），ヘパリン標準液（3），ヘパリン標準液（4）及びヘパリン標準液（5）を調製する．

ヘパリン標準液		緩衝液 (μL)	アンチトロンビンⅢ液(μL)	ヒト正常血漿(μL)	標準溶液 (μL)
No.	ヘパリン濃度 (単位/mL)				
(1)	0	800	100	100	0
(2)	0.02	700	100	100	100
(3)	0.04	600	100	100	200
(4)	0.06	500	100	100	300
(5)	0.08	400	100	100	400

（vii）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を調製する．この液 100 μL にアンチトロンビンⅢ液 100 μL，ヒト正常血漿 100 μL 及び緩衝液 700 μL を加え，試料溶液とする．

（viii）　操作法　試験管に試料溶液 400 μL を入れ，37 ℃ で 4 分間加温する．これに活性化血液凝固Ｘ因子液 200 μL を加えてよく混和し，37 ℃ で正確に 30 秒間加温した後，あらかじめ 37 ℃ に加温した基質液 400 μL を加えてよく混和する．37 ℃ で正確に 3 分間加温した後，反応停止液 600 μL を加え，直ちに混和する．別に，試料溶液 400 μL に反応停止液 600 μL 及び水 600 μL を加えて混和したものを対照とし，波長 405 nm における吸光度を測定する．ヘパリン標準液（1），ヘパリン標準液（2），ヘパリン標準液（3），ヘパリン標準液（4）及びヘパリン標準液（5）につき，同様に操作して，波長 405 nm における吸光度を測定する．

（ix）　計算法　縦軸に吸光度を，横軸にヘパリン標準液のヘパリン濃度をとり，各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光度をグラフ用紙にプロットし，検量線を作成する．この検量線を用いて，試料溶液の吸光度からヘパリン濃度 C を求め，次式により本品 1 mg 中のヘパリン単位を計算する．

本品 1 mg 中のヘパリン単位 $= C \times 10 \times (b / a)$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を製したときの全容量（mL）

貯　法　容　　器　気密容器．

ヘパリンナトリウム注射液

Heparin Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたヘパリン単位の 90 ～ 110 % を含む．

本品はその製造に用いた「ヘパリンナトリウム」の原料の器官名を表示する．

製　法　本品は「ヘパリンナトリウム」をとり，「生理食塩液」を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

pH〈*2.54*〉　5.5 ～ 8.0

純度試験

（1）　バリウム　本品の表示単位に従い「ヘパリンナトリウム」3000 単位に対応する容量を正確に量り，水を加えて 3.0 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（2）　たん白質　「ヘパリンナトリウム」の純度試験（4）を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.0030 EU/単位未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　「ヘパリンナトリウム」の定量法を準用する．ただし，(vii) 試料溶液及び (ix) 計算法は次のとおりとする．

試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，その 1 mL 中に約 0.5 単位を含むように生理食塩液を加えて薄める．この液 100 μL にアンチトロンビンⅢ液 100 μL，ヒト正常血漿 100 μL 及び緩衝液 700 μL を加え，試料溶液とする．

計算法　縦軸に吸光度を，横軸にヘパリン標準液のヘパリン濃度をとり，各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光度をグラフ用紙にプロットし，検量線を作成する．この検量線を用いて，試料溶液の吸光度からヘパリン濃度 C を求め，次式により本品 1 mL 中のヘパリン単位を計算する．

本品 1 mL 中のヘパリン単位 $= C \times 10 \times (b / a)$

a：本品の秤取量（mL）

b：本品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を製したときの全容量（mL）

貯　法

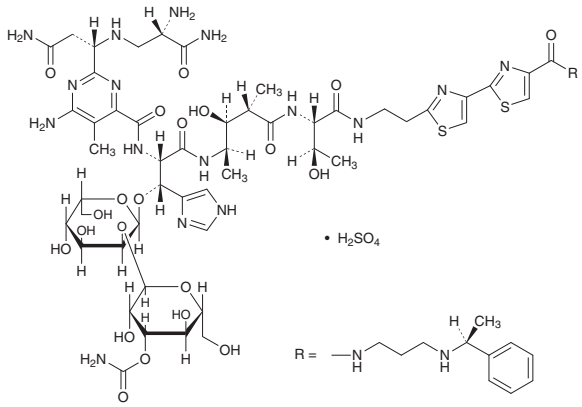
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

ペプロマイシン硫酸塩

Peplomycin Sulfate

硫酸ペプロマイシン



$C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2 \cdot H_2SO_4$：1571.67

N^1–{3–[(1*S*)–(1–Phenylethyl)amino]propyl}bleomycinamide monosulfate ［*70384–29–1*］

本品は，*Streptomyces verticillus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 865 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ペプロマイシン（$C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2$：1473.59）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 4 mg を硫酸銅（Ⅱ）試液 5 μL 及び水に溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペプロマイシン硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びペプロマイシン硫酸塩標準品 10 mg を量り，それぞれを水 6 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 125）0.5 mL ずつを加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得た主ピークの保持時間は標準溶液から得た主ピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相原液，移動相 A，移動相 B，移動相の送液及び流量は，純度試験（3）の試験条件を準用する．

（3）　本品の水溶液（1 → 200）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−2 ～ −5°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，pH 5.3 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 80 mg を水 4 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅 本品 75 mg を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）10 mL に溶かし，試料溶液とする．別に銅標準原液 5.0 mL をとり，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 3.0 mL を薄めた硝酸（1 → 100）に加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない（200 ppm 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8 nm

（3） 類縁物質 本品約 10 mg を水 6 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 125）0.5 mL を加え，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，硫酸銅のピークの後に溶出する各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりペプロマイシンのピーク以外のピークの量を求めるとき，その合計は 7.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相原液：1–ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.96 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を水 1000 mL に溶かし，酢酸（100）5 mL を加えた後，アンモニア試液を加えて pH 4.3 に調整する．

移動相 A：移動相原液/メタノール混液（9：1）

移動相 B：移動相原液/メタノール混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分 1.2 mL

面積測定範囲：硫酸銅のピークの後からペプロマイシン溶出後 20 分の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たペプロマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たペプロマイシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペプロマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は 30000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペプロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 3.0 % 以下（60 mg，減圧，酸化リン（Ⅴ），60 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Mycobacterium smegmatis* ATCC 607 を用いる．

（ⅱ）基層用カンテン培地，種層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地 グリセリン 10.0 g，ペプトン 10.0 g，肉エキス 10.0 g，塩化ナトリウム 3.0 g，カンテン 15.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．ただし，滅菌後の pH は水酸化ナトリウム試液を加えて 6.9 ～ 7.1 とする．

（ⅲ） 試験菌浮遊用液状培地 グリセリン 10.0 g，ペプトン 10.0 g，肉エキス 10.0 g，塩化ナトリウム 3.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．ただし，滅菌後の pH は水酸化ナトリウム試液を加えて 6.9 ～ 7.1 とする．

（ⅳ） 種層カンテン培地の調製 試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地を用いて 27 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地 100 mL に移植し，25 ～ 27 ℃ で 5 日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．試験菌液 0.5 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（ⅴ） 円筒カンテン平板の調製 7．円筒カンテン平板の調製を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は 5.0 mL，また，種層カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

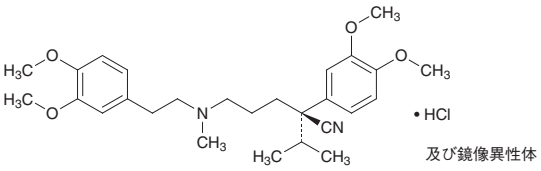
（ⅵ） 標準溶液 ペプロマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，15 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅶ） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ベラパミル塩酸塩

Verapamil Hydrochloride
塩酸イプロベラトリル
塩酸ベラパミル



$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl：491.06
(2*RS*)−5−[(3,4−Dimethoxyphenethyl)methylamino]−2−(3,4−dimethoxyphenyl)−2−(1−methylethyl)pentanenitrile monohydrochloride ［*152−11−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50）2 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　141 ～ 145 ℃

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.50 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に標準原液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した 2 枚の薄層板にスポットする．1 枚の薄層板はシクロヘキサン/ジエチルアミン混液（17：3）を展開溶媒として約 15 cm 展開し，風乾した後，110 ℃ で 1 時間乾燥する．冷却した後，塩化鉄（Ⅲ）・ヨウ素試液を均等に噴霧し，直ちに観察するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外の濃い方から 3 個のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．その他のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．残りの薄層板はトルエン/メタノール/アセトン/酢酸（100）混液（14：4：1：1）を展開溶媒として，同様に試験を行う．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 49.11 mg $C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

ベラパミル塩酸塩錠

Verapamil Hydrochloride Tablets
塩酸ベラパミル錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl：491.06）を含む．

製　法　本品は「ベラパミル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ベラパミル塩酸塩」0.2 g に対応する量をとり，0.02 mol/L 塩酸試液 70 mL を加え，60 ℃ の水浴中でときどき振り混ぜる．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした後，ろ過する．ろ液 3 mL にライネッケ塩試液数滴を加えるとき，淡紅色の沈殿を生じる．

（2）　（1）のろ液 2 mL に 0.02 mol/L 塩酸試液を加え，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm 及び 276 ～ 280 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.02 mol/L 塩酸試液 70 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間ときどき振り混ぜながら崩壊させた後，更に 5 分間抽出する．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とした後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 V mL を正確にとり，表示量に従い 1 mL 中にベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）約 40 mg を含む液となるように 0.02 mol/L 塩酸試液を加え，正確に

V' mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸ベラパミルの秤取量（mg）

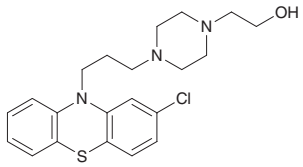
定 量 法 本品 10 個をとり，0.02 mol/L 塩酸試液 140 mL を加え，60 ℃ の水浴中で約 30 分間時々振り混ぜながら崩壊させた後，更に 5 分間抽出する．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とした後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除いた後，ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）約 4 mg に対応する容量のろ液を正確にとり，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベラパミルを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，0.02 mol/L 塩酸試液 70 mL を加え，60 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら溶かす．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この 4 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸ベラパミルの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

ペルフェナジン
Perphenazine



$C_{21}H_{26}ClN_3OS$：403.97
2-{4-[3-(2-Chloro-10*H*-phenothiazin-10-yl)propyl]piperazin-1-yl}ethanol ［*58-39-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する．次にこの液を加温するとき，濃赤紫色となる．

（2） 本品 0.2 g をメタノール 2 mL に溶かし，この液を 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液（1 → 25）10 mL に加えて 4 時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は 237 ～ 244 ℃（分解）である．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，この液 10 mL に水 10 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈*2.60*〉 95 ～ 100 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用い，窒素気流中で行う．本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/1 mol/L アンモニア試液混液（5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），65 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.20 mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ペルフェナジン錠

Perphenazine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対するペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$：403.97）を含む．

製　法　本品は「ペルフェナジン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ペルフェナジン」25 mg に対応する量をとり，メタノール 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「ペルフェナジン」の確認試験（1）を準用する．

（2）　（1）のろ液 5 mL をとり，この液を 2,4,6–トリニトロフェノール酸の温メタノール溶液（1 → 25）10 mL に加え，以下「ペルフェナジン」の確認試験（2）を準用する．

（3）　定量法のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 309 ～ 313 nm に吸収の極大を示す．また，この液 10 mL にメタノール 30 mL を加えた液につき，吸収スペクトルを測定するとき，波長 256 ～ 260 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール 70 mL を加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 x mL を正確に量り，1 mL 中にペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）約 4 μg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に VmL とし，試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 65 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 25) \times (1 / x)$

W_S：ペルフェナジン標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 90 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 65 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かした後，溶出試験第 2 液を加えて正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 90 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36$

W_S：ペルフェナジン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 70 mL を加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 65 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_S：ペルフェナジン標準品の秤取量（mg）

貯　法

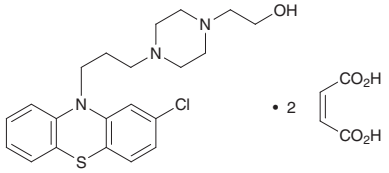
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ペルフェナジンマレイン酸塩

Perphenazine Maleate

マレイン酸ペルフェナジン



$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$：636.11

2–{4–[3–(2–Chlorophenothiazin–10–yl)propyl]piperazin–1–yl}ethanol dimaleate　［*58–39–9*，ペルフェナジン］

本品を乾燥したものは定量するとき，ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）にやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，クロロホルムにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 175 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 8 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する．次にこの液を加温するとき，濃赤紫色となる．

（2） 本品 0.3 g を希塩酸 3 mL に溶かし，水 2 mL を加えた後，アンモニア水（28）3 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は（5）の試験に用いる〕．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール 20 mL に溶かし，この液を 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液（1 → 25）10 mL に加えて 4 時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 237 ～ 244 ℃（分解）である．

（3） 本品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，この液 10 mL に水 30 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（5） （2）の水層を蒸発乾固した後，残留物に希硫酸 1 mL 及び水 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，約 35 ℃ の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点〈*2.60*〉は 128 ～ 136 ℃ である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 31.81 mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

ペルフェナジンマレイン酸塩錠

Perphenazine Maleate Tablets
マレイン酸ペルフェナジン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$：636.11）を含む．

製 法 本品は「ペルフェナジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品は粉末とし，表示量に従い「ペルフェナジンマレイン酸塩」0.04 g に対応する量をとり，希塩酸 3 mL 及び水 30 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液にアンモニア水（28）3 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は（4）の試験に用いる〕．全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，クロロホルム層を分取する．このクロロホルム抽出液 6 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき「ペルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）のクロロホルム抽出液 20 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物をメタノール 20 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液を加温し，これに 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液（1 → 25）5 mL を加えて 4 時間放置し，以下「ペルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験（2）を準用する．

（3） 定量法のろ液 2 mL に水を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 253 ～ 257 nm 及び 303 ～ 313 nm に吸収の極大を示す．

（4） （1）の水層をとり，必要ならばろ過する．ろ液を約 5 mL となるまで蒸発し，希硫酸 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を硫酸試液 5 mL に溶かし，過マンガン酸カリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL を加えて崩壊させた後，メタノール 50 mL を加えて強く振り混ぜ，更に水を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，1 mL 中にペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）約 6 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL，メタノール 10 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 50)$

W_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて強く振り混ぜた後，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

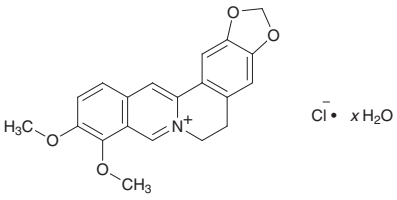
ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量（mg）

貯 法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベルベリン塩化物水和物

Berberine Chloride Hydrate
塩化ベルベリン
ベルベリン塩化物



$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$
9,10-Dimethoxy-5,6-dihydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquino[3,2-*a*]isoquinolin-7-ium chloride hydrate　[*633-65-8*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81）95.0～ 102.0 % を含む．

性　状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.1 g に水 20 mL を加え，加温して溶かし，硝酸 0.5 mL を加えた後，冷却し，約 10 分間放置後ろ過する．ろ液 3 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え，生じる沈殿をろ取する．この沈殿は希硝酸を加えても溶けないが，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 酸　本品 0.10 g に水 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g に水 48 mL 及び希塩酸 2 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL，ブロモフェノールブルー試液 5 ～ 10 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

操作条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約 2 倍の範囲
検出感度：標準溶液 10 μL から得たベルベリンのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する．

水　分〈*2.48*〉 8～ 12 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．
定 量 法 本品約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)の量(mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン 1 mg ずつを移動相に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベンザルコニウム塩化物

Benzalkonium Chloride

塩化ベンザルコニウム

本品は［$C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R$］Cl で示され，R は C_8H_{17} ～ $C_{18}H_{37}$ で，主として $C_{12}H_{25}$ 及び $C_{14}H_{29}$ からなる．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$：354.01 として）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末又は無色～淡黄色のゼラチン状の小片，ゼリーようの流動体若しくは塊で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品 0.2 g を硫酸 1 mL に溶かし，硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する．冷後，水 10 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え，5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）2 mL にブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL にエタノール（95）2 mL，希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 石油エーテル可溶物　本品 3.0 g をとり，水を加えて 50 mL とした液にエタノール（99.5）50 mL を加える．0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，石油エーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する．石油エーテル抽出液を合わせ，希エタノール 50 mL ずつで 3 回洗い，無水硫酸ナトリウム 10 g を加えてよく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗う．水浴上で加熱して石油エーテルを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その残分は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　15.0 % 以下（容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，水 75 mL に溶かした後，薄めた希塩酸（1 → 2）を滴加して pH を 2.6 ～ 3.4 に調整し，メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.080 mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯　法　容　　器　気密容器．

濃ベンザルコニウム塩化物液 50

Benzalkonium Chloride Concentrated Solution 50

濃塩化ベンザルコニウム液 50

本品は［$C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R$］Cl で示され，R は C_8H_{17} ～ $C_{18}H_{37}$ で，主として $C_{12}H_{25}$ 及び $C_{14}H_{29}$ からなるものの水溶液である．

本品は定量するとき，50.0 超 ～ 55.0 w/v% のベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$：354.01 として）を含む．

性　状　本品は無色～淡黄色の液又はゼリーようの流動体で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えた液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品 0.4 g を硫酸 1 mL に溶かし，硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する．冷後，水 10 mL

及び亜鉛粉末 0.5 g を加え，5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとベンザルコニウム塩化物の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）1 mL にエタノール（95）2 mL，希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 石油エーテル可溶物 本品 6.0 g をとり，水を加えて 50 mL とした液にエタノール（99.5）50 mL を加える．0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，石油エーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する．石油エーテル抽出液を合わせ，希エタノール 50 mL ずつで 3 回洗い，無水硫酸ナトリウム 10 g を加えてよく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗う．水浴上で加熱して石油エーテルを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その残分は 1.0 % 以下である．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，水 75 mL に溶かした後，薄めた希塩酸（1 → 2）を滴加して pH を 2.6 ～ 3.4 に調整し，メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.080 mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯 法 容 器 気密容器．

ベンザルコニウム塩化物液

Benzalkonium Chloride Solution
塩化ベンザルコニウム液

本品は 50.0 w/v% 以下のベンザルコニウム塩化物を含む水溶液である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$：354.01 として）を含む．

製 法 本品は「ベンザルコニウム塩化物」をとり，「常水」又は「精製水」に溶かして製する．又は「濃ベンザルコニウム塩化物液 50」をとり，「常水」又は「精製水」で薄めて製する．

性 状 本品は無色～淡黄色澄明の液で，特異なにおいがある．
本品は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.2 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とする．この液 2 mL につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（3）を準用する．

（4） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（4）を準用する．

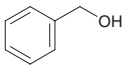
定 量 法 本品のベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$ として）約 0.15 g に対応する容量を正確に量り，必要ならば水を加えて 75 mL とし，以下「ベンザルコニウム塩化物」の定量法を準用する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.080 mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯 法 容 器 気密容器．

ベンジルアルコール

Benzyl Alcohol



C_7H_8O：108.14
Benzyl alcohol ［*100-51-6*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，ベンジルアルコール（C_7H_8O）98.0 ～ 100.5 % を含む．

◆本品のうち，注射剤に用いるものについてはその旨表示する．◆

◆**性 状** 本品は無色澄明の油状の液である．
本品はエタノール（95），脂肪油又は精油と混和する．
本品は水にやや溶けやすい．
比重 d_{20}^{20}：1.043 ～ 1.049◆

◆**確認試験** 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の

液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

屈 折 率 〈2.45〉 n_D^{20}：1.538 ～ 1.541

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 mL を水 60 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 10 mL に中和エタノール 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加える．これに，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） ベンズアルデヒド及び他の類縁物質 本品を試料溶液とする．別に，ベンズアルデヒド 0.750 g 及びシクロヘキシルメタノール 0.500 g を正確に量り，本品を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エチルベンゼン内標準溶液 2 mL 及びジシクロヘキシル内標準溶液 3 mL を正確に加え，本品を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液 0.1 μL 及び標準溶液（1）0.1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液より得られるクロマトグラム上に，エチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークは認められない．標準溶液（1）0.1 μL を注入するとき，検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の 30 % 以下とする．試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は，標準溶液（1）と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない（0.15 %）．試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は，標準溶液（1）と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない（0.10 %）．試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノールを除いたピークの合計面積は，標準溶液（1）のエチルベンゼンのピーク面積の 4 倍より大きくない（0.04 %）．試料溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計面積は，標準溶液（1）のジシクロヘキシルのピーク面積より大きくない（0.3 %）．ただし，標準溶液（1）のエチルベンゼンのピーク面積の 100 分の 1 以下のピークは計算しない．

なお，注射用に使用する，と表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする．

本品を試料溶液とする．別に，ベンズアルデヒド 0.250 g 及びシクロヘキシルメタノール 0.500 g を正確に量り，本品を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エチルベンゼン内標準溶液 2 mL とジシクロヘキシル内標準溶液 2 mL を正確に加え，本品を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液 0.1 μL 及び標準溶液（2）0.1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液より得られるクロマトグラム上に，エチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークは認められない．標準溶液（2）0.1 μL を注入するとき，検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の 30 % 以下とする．試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は，標準溶液（2）と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない（0.05 %）．試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は，標準溶液（2）と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない（0.10 %）．試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノールを除いたピークの合計面積は，標準溶液（2）のエチルベンゼンのピーク面積の 2 倍より大きくない（0.02 %）．試料溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計面積は，標準溶液（2）のジシクロヘキシルのピーク面積より大きくない（0.2 %）．ただし，標準溶液（2）のエチルベンゼンのピーク面積の 100 分の 1 以下のピークは計算しない．

エチルベンゼン内標準溶液 エチルベンゼン 0.100 g を正確に量り，本品に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 20 mL とする．

ジシクロヘキシル内標準溶液 ジシクロヘキシル 2.000 g を正確に量り，本品に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 20 mL とする．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 0.5 μm で被覆する．

カラム温度：毎分 5 ℃ で 50 ～ 220 ℃ まで昇温し，220 ℃ で 35 分間保持する．

注入口温度：200 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：310 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ベンジルアルコールの保持時間が 24 ～ 28 分になるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

システムの性能：標準溶液（1）につき，上記の条件で操作を行い，ベンジルアルコールに対する相対保持時間を求めるとき，エチルベンゼンは約 0.28，ジシクロヘキシル約 0.59，ベンズアルデヒド約 0.68，シクロヘキシルメタノール約 0.71 である．かつ，ベンズアルデヒドとシクロヘキシルメタノールの分離度は 3.0 以上である．ただし，注射用に使用する，と表示するものについては標準溶液（2）を使用する．

（4） 過酸化物価 本品 5 g を 250 mL の共栓付き三角フラスコに量り，酢酸（100）/クロロホルム混液（3：2）30 mL に溶かす．この液にヨウ化カリウム飽和溶液 0.5 mL を加え，正確に 1 分間振り混ぜた後，水 30 mL を加える．この液につき，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が淡黄色に変わるとき，デンプン試液 10 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，次式により過酸化物価を計算するとき，その値は 5 以下である．

過酸化物価（mEq/kg）= {10 × (V_1 − V_0)} / W

V_1：本試験での 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液滴定量（mL）

V_0：空試験での 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液滴定量（mL）

W：本品の秤取量（g）

（5） 蒸発残留物　過酸化物価の試験に適合することを確認した後，試験する．本品 10.0 g を磁製若しくは石英製のるつぼ，又は白金製の皿にとり，200 ℃ を超え沸騰しないように注意しながらホットプレート上で蒸発乾固する．残留物をホットプレート上で 1 時間乾燥した後，デシケーター中で放冷するとき，その量は 5 mg 以下である．

定 量 法　本品約 0.9 g を精密に量り，ピリジン/無水酢酸混液（7：1）15.0 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，水 25 mL を加え，過量の酢酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 108.1 mg C_7H_8O

◆**貯　法**

保存条件　遮光して保存する．

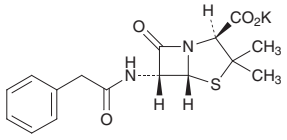
容　　器　気密容器．◆

ベンジルペニシリンカリウム

Benzylpenicillin Potassium

結晶ペニシリン G カリウム

ペニシリン G カリウム



$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$：372.48

Monopotassium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate　[*113-98-4*]

本品は，*Penicillium* 属の培養によって得られる抗細菌活性を有するペニシリン系化合物のカリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1430 ～ 1630 単位を含む．ただし，本品の力価は，ベンジルペニシリンカリウム（$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$）としての量を単位で示し，その 1 単位はベンジルペニシリンカリウム 0.57 μg に対応する．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を示す．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+270 ～ +300°（乾燥物に換算したもの 1 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，磁製のるつぼを用い，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 40 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の個々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンジルペニシリン以外の個々のピーク面積は，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のベンジルペニシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液（33 → 5000）/アセトニトリル混液（19：6）にリン酸を加えて pH を 8.0 に調整する．

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約 7.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：ベンジルペニシリンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たベンジルペニシリンのピーク面積が，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になるこ

とを確認する．

システムの性能：本品 40 mg を水 20 mL に溶かす．別にパラオキシ安息香酸メチル 10 mg をアセトニトリル 20 mL に溶かす．この液 1 mL に水を加えて 20 mL とする．これらの溶液 1 mL ずつをとり，水を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンジルペニシリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 1.0 % 以下（3 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 ***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ⅱ） 培地 培地（1）の 3）のⅲを用いる．

（ⅲ） 標準溶液 ベンジルペニシリンカリウム標準品約 40000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，2 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

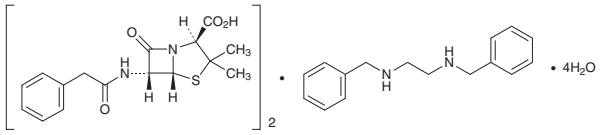
（ⅳ） 試料溶液 本品約 40000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ベンジルペニシリンベンザチン水和物

Benzylpenicillin Benzathine Hydrate

ベンジルペニシリンベンザチン



$(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$：981.18

(2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-Dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid hemi(*N*,*N*′-dibenzylethylenediamine) dihydrate ［*41372-02-5*］

本品は，*Penicillium* 属の培養によって得られる抗細菌活性を有するペニシリン系化合物の *N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミン塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1152 ～ 1272 単位を含む．ただし，本品の力価は，ベンジルペニシリンナトリウム（$C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$：356.37）としての量を単位で示し，その 1 単位はベンジルペニシリンナトリウム（$C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$）0.6 μg に対応する．また，本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，*N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミン（$C_{16}H_{20}N_2$：240.34）24.0 ～ 27.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+217 ～ +233°（脱水物に換算したもの 0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 70 mg をメタノール 25 mL に溶かし，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンジルペニシリンに対する相対保持時間約 2.4 のピークの面積は，標準溶液のベンジルペニシリン及び *N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミンのピークの合計面積の 2 倍より大きくない．また，試料溶液のベンジルペニシリン，*N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンに対する相対保持時間約 2.4 のピーク以外の個々のピークの面積は，標準溶液のベンジルペニシリン及び *N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミンのピークの合計面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（6：3：1）

移動相 B：メタノール/水/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（6：3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	75	25
10 ～ 20	75 → 0	25 → 100
20 ～ 55	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベンジルペニシリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たベンジルペニシリンのピーク面積が標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は 25 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉 5.0 ～ 8.0 %（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法

（1） ベンジルペニシリン　本品約 85000 単位に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にベンジルペニシリンカリウム標準品約 85000 単位に対応する量及び二酢酸 *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン約 25 mg を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，それぞれの液のベンジルペニシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ベンジルペニシリンナトリウムの量（単位）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ベンジルペニシリンカリウム標準品の秤取量（単位）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/Lリン酸二水素カリウム試液（11：7：2）

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約 18 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

（2） *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン　（1）で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラムの *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンに相当するピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

N,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン（$C_{16}H_{20}N_2$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 100 \times 0.667$

W_S：二酢酸 *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

0.667：二酢酸 *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン（$C_{16}H_{20}N_2 \cdot 2CH_3COOH$）から *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン（ベンザチン，$C_{16}H_{20}N_2$）への換算係数

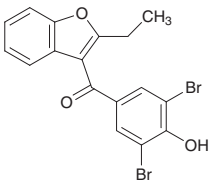
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベンズブロマロン

Benzbromarone



$C_{17}H_{12}Br_2O_3$：424.08

3,5−Dibromo−4−hydroxyphenyl 2−ethylbenzo[*b*]furan−3−yl ketone ［*3562−84−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベンズブロマロン（$C_{17}H_{12}Br_2O_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　149 ～ 153 ℃

純度試験

（1）硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g をアセトン 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL，アセトン 40 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（2）可溶性ハロゲン化物　本品 0.5 g をアセトン 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL，アセトン 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（3）重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）鉄〈*1.10*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（100：20：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 42.41 mg $C_{17}H_{12}Br_2O_3$

貯　法

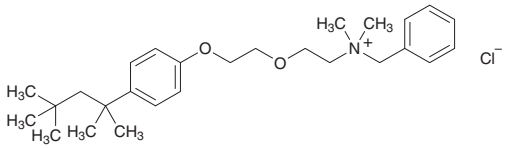
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベンゼトニウム塩化物

Benzethonium Chloride

塩化ベンゼトニウム



$C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08

N-Benzyl-*N*,*N*-dimethyl-2-{2-[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenoxy]ethoxy}ethylaminium chloride

［*121-54-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶で，においはない．

本品はエタノール（95）に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1）　本品 0.2 g を硫酸 1 mL に溶かし，硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する．冷後，水 10 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え，5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2）　本品の水溶液（1 → 1000）2 mL にブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にエタノール（95）2 mL，希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

融　点〈*2.60*〉　158 ～ 164 ℃（乾燥後）．

純度試験　アンモニウム　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 75 mL に溶かした後，薄めた希塩酸（1 → 2）を滴加して pH を 2.6 ～ 3.4 に調整し，メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 8.962 mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベンゼトニウム塩化物液
Benzethonium Chloride Solution
塩化ベンゼトニウム液

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08）を含む．

製　法　本品は「ベンゼトニウム塩化物」をとり，「常水」又は「精製水」に溶かして製する．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはない．
本品は振ると強く泡立つ．

確認試験
（1） 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.2 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験（1）を準用する．
（2） 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とする．この液 2 mL につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験（2）を準用する．
（3） 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸を加えて 500 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 262 ～ 264 nm，268 ～ 270 nm 及び 274 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．
（4） 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験（4）を準用する．

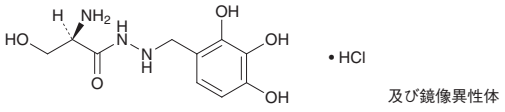
純度試験
（1） 亜硝酸塩　本品 1.0 mL をグリシン溶液（1 → 10）1 mL 及び酢酸（31）0.5 mL の混液に加えるとき，ガスを発生しない．
（2） 酸化性物質　本品 5 mL にヨウ化カリウム試液 0.5 mL 及び希塩酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は黄色を呈しない．

定 量 法　本品のベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，必要ならば水を加えて 75 mL とし，以下「ベンゼトニウム塩化物」の定量法を準用する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 8.962 mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベンセラジド塩酸塩
Benserazide Hydrochloride
塩酸ベンセラジド



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{15}N_3O_5$・HCl：293.70
(2*RS*)-2-Amino-3-hydroxy-*N*′-(2,3,4-trihydroxybenzyl)propanoylhydrazide monohydrochloride ［*14919-77-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベンセラジド塩酸塩（$C_{10}H_{15}N_3O_5$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．
本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．
本品は吸湿性である．
本品は光によって徐々に着色する．
本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験
（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3） 本品の水溶液（1 → 30）10 mL に硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．

純度試験
（1） 溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 430 nm における吸光度は 0.10 以下である．
（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3） 類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL 及び 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次にギ酸の塩化ナトリウム試液溶液（1 → 1000）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに

炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧した後，風乾し，フォリン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，標準溶液（1）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

水　分〈2.48〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．ただし，水分測定用メタノールの代わりにサリチル酸の水分測定用メタノール溶液（3 → 20）を用いる．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.37 mg $C_{10}H_{15}N_3O_5$・HCl

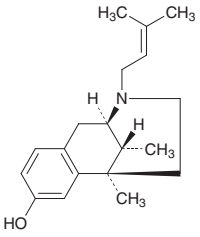
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ペンタゾシン

Pentazocine



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{27}NO$：285.42

(2*RS*,6*RS*,11*RS*)-6,11-Dimethyl-3-(3-methylbut-2-en-1-yl)-1,2,3,4,5,6-hexahydro-2,6-methano-3-benzoazocin-8-ol

[*359-83-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペンタゾシン（$C_{19}H_{27}NO$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 0.5 mL を加えるとき，濃赤色を呈し，直ちに灰褐色に変わる．

（2）　本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液の色は淡黄色から濃黄色に変わる．更に硝酸 1 滴を加え，振り混ぜるとき，液は黄色を保つ．

（3）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（278 nm）：67.5 ～ 71.5（乾燥後，0.1 g，0.01 mol/L 塩酸試液，1000 mL）．

融　点〈2.60〉　150 ～ 158 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）を用いる（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/イソプロピルアミン混液（94：3：3）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），60 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.54 mg $C_{19}H_{27}NO$

貯　法　容　　器　密閉容器．

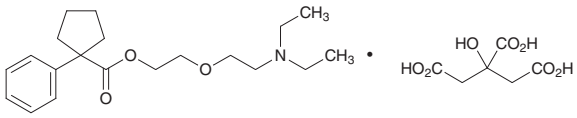
ペントキシベリンクエン酸塩

Pentoxyverine Citrate

クエン酸カルベタペンタン

クエン酸カルベタペンテン

クエン酸ペントキシベリン



$C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$：525.59

2-[2-(Diethylamino)ethoxy]ethyl 1-phenylcyclopentanecarboxylate monocitrate

[*23142-01-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペントキシベリンクエン酸塩（$C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 10 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）はクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

融　点〈*2.60*〉　92 ～ 95 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにクロロホルム/メタノール/酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（25：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，無水酢酸 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 52.56 mg $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯 法 容 器　密閉容器．

ベントナイト
Bentonite

本品は天然に産するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムである．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末で，においはなく，味はわずかに土ようである．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に入れると膨潤する．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 3）3 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水 20 mL を加えてろ過し，ろ液 5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき，白色ゲル状の沈殿を生じる．これにアリザリンレッド S 試液 5 滴を加えるとき，赤色に変わる．

（2）（1）の残留物を水で洗い，メチレンブルー溶液（1 → 10000）2 mL を加え，次に水で洗うとき，残留物は青色を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，振り混ぜて懸濁した液の pH は 9.0 ～ 10.5 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.5 g に水 80 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに生じたとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g，希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（50 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　異物　本品 2.0 g を乳鉢に入れ，水 20 mL を加えて膨潤させ，乳棒で均等に分散させた後，水を加えて 100 mL とする．この分散液を 200 号（75 μm）ふるいを通し，水で洗い，ふるい目の上を指でこするとき，砂を感じない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 ～ 10.0 %（2 g，105 ℃，2 時間）．

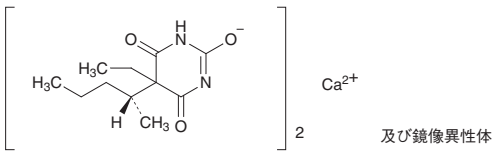
ゲル形成力　本品 6.0 g を酸化マグネシウム 0.30 g と混ぜ，水 200 mL を入れた 500 mL の共栓シリンダーに数回に分けて加え，1 時間揺り動かし，その懸濁液 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに移し，24 時間放置するとき，上層に分離する澄明液は 2 mL 以下である．

膨 潤 力　本品 2.0 g をとり，水 100 mL を入れた 100 mL のメスシリンダーに 10 回に分けて加える．ただし，先に加えた試料がほとんど沈着した後，次の試料を加える．これを 24 時間放置するとき，器底の塊の見かけの容積は 20 mL の目盛り以上である．

貯 法 容 器　密閉容器．

ペントバルビタールカルシウム

Pentobarbital Calcium



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$：490.61

Monocalcium bis{5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate}

［*76-74-4*，ペントバルビタール］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ペントバルビタールカルシウム（$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 g にエタノール（95）5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，振り混ぜながら加温して溶かし，更に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加えて振り混ぜた後，放冷し，ろ過する．ろ液にメチルレッド試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに黄色を呈するまで加えるとき，この液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（2）及び（3）を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g にエタノール（95）5 mL 及び希硝酸 2.5 mL を加えて振り混ぜながら加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とし，更によく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 15 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にエタノール（95）1.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g にエタノール（95）5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜながら加温して溶かし，冷後，水を加えて 80 mL とし，更によく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 40 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液はエタノール（95）2.5 mL に希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 30 mL とする．次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 10 mg を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペントバルビタール以外のピークの面積は，いずれも標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のペントバルビタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペントバルビタールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たペントバルビタールのピーク面積が，標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．

システムの性能：定量法のシステムの性能を準用する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペントバルビタールのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法　本品約 20 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL を量り，水を加えて 20 mL とする．この液 2 mL を量り，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にペントバルビタール標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 18 mg を精密に量り，アセトニトリル 10 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL を量り，水を加えて 20 mL とする．この液 2 mL を量り，水を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ペントバルビタールカルシウム（$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.0841$

W_S：ペントバルビタール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピル 0.2 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を

4.0 に調整する．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：ペントバルビタールの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペントバルビタール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

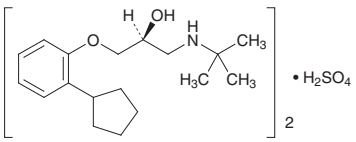
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ペンブトロール硫酸塩

Penbutolol Sulfate

硫酸ペンブトロール



$(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$：680.94

(2*S*)−3−(2−Cyclopentylphenoxy)−1−(1,1−dimethylethyl)aminopropan−2−ol hemisulfate

［*38363−32−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ペンブトロール硫酸塩〔$(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.1 g に水 25 mL を加え，加温して溶かす．冷後，この液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−23 ～ −25°（乾燥後，0.2 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　213 ～ 217 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.8 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2−プロパノール/エタノール(95)/アンモニア水（28）混液（85：12：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 68.09 mg $(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

ホウ酸

Boric Acid

H_3BO_3：61.83

本品を乾燥したものは定量するとき，ホウ酸（H_3BO_3）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．

本品は温湯，熱エタノール（95）又はグリセリンに溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.1 である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はホウ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 25 mL 又は熱エタノール(95) 10 mL に溶かすとき，いずれも液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，シリカゲル，5 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，D−ソルビトール 15 g 及び水 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指

示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴).

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 61.83 mg H_3BO_3

貯 法 容 器 密閉容器.

ホウ砂
Sodium Borate

$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$：381.37

本品は定量するとき，ホウ砂（$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$）99.0 ～ 103.0 % を含む.

性 状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な塩味がある.

本品はグリセリンに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は乾燥空気中に放置するとき，風解し，白色の粉末で覆われる.

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及びホウ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 9.1 ～ 9.6 である.

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加え，わずかに加温して溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 炭酸塩又は炭酸水素塩 本品を粉末とし，その 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし，希塩酸 3 mL を加えるとき，泡立たない.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.5 g に水 25 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 7 mL を加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまでアンモニア試液を加えた後，再び無色となるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下).

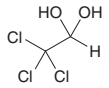
（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下).

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴).

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 95.34 mg $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$

貯 法 容 器 気密容器.

抱水クロラール
Chloral Hydrate



$C_2H_3Cl_3O_2$：165.40

2,2,2-Trichloroethane-1,1-diol ［*302-17-0*］

本品は定量するとき，抱水クロラール（$C_2H_3Cl_3O_2$）99.5 % 以上を含む.

性 状 本品は無色の結晶で，刺激性のにおいがあり，味は刺激性でやや苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすい.

本品は空気中で徐々に揮散する.

確認試験

（1） 本品 0.2 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は混濁し，加温するとき，澄明の二液層となる.

（2） 本品 0.2 g にアニリン 3 滴及び水酸化ナトリウム試液 3 滴を加えて加熱するとき，フェニルイソシアニド（有毒）の不快なにおいを発する.

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 酸 本品 0.20 g を水 2 mL に溶かし，メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は黄色である.

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下).

（4） クロラールアルコラート 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて加温し，上層液をろ過し，ろ液が黄色を呈するまでヨウ素試液を加え，1 時間放置するとき，黄色の沈殿を生じない.

（5） ベンゼン （1）の液に水 3 mL を加えて加温するとき，ベンゼンのにおいを発しない.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g).

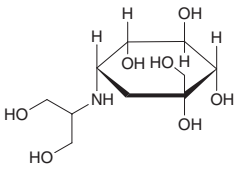
定 量 法 本品約 4 g を共栓フラスコに精密に量り，水 10 mL 及び正確に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を加え，正確に 2 分間放置し，過量の水酸化ナトリウムを直ちに 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴)．同様の方法で空試験を行う.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 165.4 mg $C_2H_3Cl_3O_2$

貯 法 容 器 気密容器.

ボグリボース

Voglibose



$C_{10}H_{21}NO_7$：267.28

3,4-Dideoxy-4-[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethylamino]-2-*C*-(hydroxymethyl)-D-*epi*-inositol ［*83480-29-9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）99.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（3 → 70）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に二組の二重線シグナル A，δ 2.1 ppm 付近に二組の二重線シグナル B，δ 2.9 ppm 付近に多重線のシグナル C，δ 3.4 ～ 3.9 ppm に多重線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 1：1：1：10 である．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+45 ～ +48°（脱水物に換算したもの 0.2 g，0.1 mol/L 塩酸試液，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 9.8 ～ 10.4 である．

融　点〈*2.60*〉　163 ～ 168 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．ただし，検液は希酢酸の代わりに希塩酸を加えて pH を 3.0 ～ 3.5 に調整する．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のボグリボース以外のピークの合計面積は，標準溶液のボグリボースのピーク面積の 1/5 以下である．ただし，ボグリボースに対する相対保持時間約 1.7，約 2.0 及び約 2.3 のピーク面積は，感度係数 2，2 及び 2.5 をそれぞれ乗じた値とする．

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の二つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，冷却コイル，検出器及び記録装置よりなり，反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光光度計（励起波長：350 nm，蛍光波長：430 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5 mm，長さ 20 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

冷却コイル：内径 0.3 mm，長さ 2 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g に水を加えて 500 mL とした液にリン酸一水素ナトリウム十二水和物 3.58 g に水を加え，500 mL とした液を加えて，pH 6.5 に調整する．この液 370 mL にアセトニトリル 630 mL を加える．

反応液：タウリン 6.25 g 及び過ヨウ素酸ナトリウム 2.56 g を水に溶かし，1000 mL とする．

反応温度：100 ℃ 付近の一定温度

冷却温度：15 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：ボグリボースの保持時間が約 20 分になるように調整する．

反応液流量：移動相の流量に同じ

面積測定範囲：溶媒のピークの後からボグリボースの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 50 μL から得たボグリボースのピーク面積が標準溶液のボグリボースのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ボグリボースのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 7000 段以上，0.8 ～ 1.2 である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　0.2 % 以下（0.5 g，電量滴定法）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.73 mg $C_{10}H_{21}NO_7$

貯 法 容 器　気密容器．

ボグリボース錠
Voglibose Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$：267.28）を含む．

製　法　本品は「ボグリボース」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ボグリボース」5 mg に対応する量をとり，水 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をカラム（100 ～ 200 μm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）1.0 mL を内径 8 mm，高さ 130 mm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，1 分間約 5 mL の速度で流出する．次に水 200 mL を用いてカラムを洗った後，薄めたアンモニア試液（1 → 4）10 mL を用いて 1 分間約 5 mL の速度で流出する．この流出液を孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターで 2 回ろ過する．ろ液を減圧で 50 ℃ にして蒸発乾固し，残留物を水/メタノール混液（1：1）0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に定量用ボグリボース 20 mg を水/メタノール混液（1：1）2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/アンモニア水（28）/水混液（5：3：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）約 40 μg を含む液になるように移動相 V mL を正確に加え，振り混ぜて完全に崩壊させた後，遠心分離する．上澄液をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 500)$

W_S：脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個をとり，移動相 80 mL を加え，振り混ぜて完全に崩壊させた後，表示量に従いボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）約 4 mg に対する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ボグリボース（別途「ボグリボース」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のボグリボースのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 500)$

W_S：脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量（mg）

試験条件

装置：移動相及び反応試液送液用の二つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，冷却コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光光度計（励起波長：350 nm，蛍光波長：430 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に，5 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5 mm，長さ 20 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

冷却コイル：内径 0.3 mm，長さ 2 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g に水を加えて 500 mL とした液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58 g に水を加えて 500 mL とした液を加えて pH 6.5 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 600 mL を加える．

反応液：タウリン 6.25 g 及び過ヨウ素酸ナトリウム 2.56 g を水に溶かし，1000 mL とする．

反応温度：100 ℃ 付近の一定温度

冷却温度：15 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：ボグリボースの保持時間が約 20 分になるように調整する．

反応液流量：移動相の流量に同じ

システム適合性

システムの性能：定量用ボグリボース 2 mg 及び乳糖一水和物 0.2 g を水 5 mL に溶かした後，移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，乳糖，ボグリボースの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

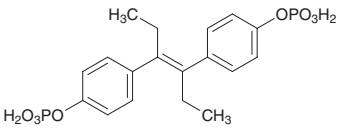
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法
容　器　気密容器．

ホスフェストロール

Fosfestrol

リン酸ジエチルスチルベストロール



$C_{18}H_{22}O_8P_2$：428.31

(*E*)−4,4′−

(Hex−3−ene−3,4−diyl)bis(phenyl dihydrogen phosphate)

［*522−40−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，水に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 234 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 15 mg を硫酸 1 mL に溶かすとき，液は黄色～だいだい色を呈し，これに水 10 mL を加えるとき，退色する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はホスフェストロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.4 g をるつぼにとり，これに硫酸 0.1 mL を加えて潤し，加熱して炭化する．残留物に水 10 mL を加えてよくかき混ぜた後，ろ過する．ろ液に硝酸 0.1 mL を加え，水浴中で 15 分間加熱した液はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 30 mL に溶かした液の pH は 1.0 ～ 2.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 15 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.10 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に希硝酸 6 mL，エタノール（95）30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.248 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる（2 ppm 以下）．

（5）　遊離リン酸　本品約 0.4 g を精密に量り，水/ホルムアミド混液（1：1）に溶かし，正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別にリン酸二水素カリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥し，その 0.112 g を正確に量り，薄めた硫酸（1 → 10）10 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ホルムアミド 100 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1−アミノ−2−ナフトール−4−スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ，水を加えて 25 mL とし，20±1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水/ホルムアミド混液（1：1）10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 0.2 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の量（%）

$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 80.65$

W：本品の秤取量（mg）

（6）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のホスフェストロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のホスフェストロールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（1 → 500）/アセトニトリル/テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液混液（70：30：1）

流量：ホスフェストロールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.02 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 8 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ホスフェストロールの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たホスフェストロールのピーク高さが 5 ～ 15 mm になるように調整する．

面積測定範囲：ホスフェストロールの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定

〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1mL = 10.71 mg $C_{18}H_{22}O_8P_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

ホスフェストロール錠

Fosfestrol Tablets

リン酸ジエチルスチルベストロール錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$：428.31）を含む．

製　法　本品は「ホスフェストロール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ホスフェストロール」0.5 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液にジエチルエーテル 100 mL を加えて抽出し，ジエチルエーテル抽出液を注意して水浴上で蒸発乾固する．残留物 15 mg につき，「ホスフェストロール」の確認試験（1）を準用する．

（2）　（1）の残留物 0.01 g を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2970 cm^{-1}，1605 cm^{-1}，1505 cm^{-1}，1207 cm^{-1} 及び 1006 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にホスフェストロール標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$

W_S：ホスフェストロール標準品の秤取量（mg）

C：1錠中のホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）約 1 g に対応する量を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）100 mL を加え，よく振り混ぜ，水を加えて正確に 500 mL とし，ろ過する．初めのろ液 30 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）30 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別にホスフェストロール標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (25 / 2)$

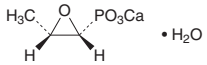
W_S：ホスフェストロール標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

ホスホマイシンカルシウム水和物

Fosfomycin Calcium Hydrate

ホスホマイシンカルシウム



$C_3H_5CaO_4P \cdot H_2O$：194.14

Monocalcium (2*R*,3*S*)-3-methyloxiran-2-ylphosphonate monohydrate ［*26016-98-8*］

本品は，*Streptomyces fradiae* の培養又は合成によって得られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 725 ～ 805 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ホスホマイシン（$C_3H_7O_4P$：138.06）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 300）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に二重線のシグナルを示し，δ 2.9 ppm 付近に二重の二重線のシグナルを示し，δ 3.3 ppm 付近に多重線のシグナルを示し，δ 1.4 ppm 付近にシグナルを認めない．

（3）　本品の水溶液（1 → 500）はカルシウム塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−2.5 ～ −5.4°（脱水物に換算したもの 0.5 g，pH 8.5 の 0.4 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，10 mL，100 mm）．

リン含量　本品約 0.1 g を精密に量り，過ヨウ素酸ナトリウム溶液（107 → 10000）40 mL 及び過塩素酸 2 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム試液 1 mL を加える．この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え，水を加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．別にリン酸二水素カリウム約 70 mg を精密に量り，試料原液と同様に操作し，標準原液とする．更に本品を用いないで試料原液と同様に操作し，空試験原液とする．試料原液，標準原液及び空試験原液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．これらの液を 20±1 ℃ で 30 分間放置した後，それぞれの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 740 nm における吸光度 A_T，A_S，及び A_B を測定するとき，リンの量は 15.2 ～ 16.7 % である．

リン（P）の量（mg）
$= W \times \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times 0.22760$

W：リン酸二水素カリウムの秤取量（mg）

カルシウム含量　本品約 0.2 g を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 4 mL を加え，試料が完全に溶けるまで振り混ぜる．次に水 100 mL，水酸化ナトリウム試液 9 mL 及びメチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬 0.1 g を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，カルシウムの量は 19.6 ～ 21.7 % である．ただし，滴定の終点は，さえた青色から灰色又は灰紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.004 mg Ca

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に 0.25 mol/L の酢酸試液 40 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　12.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Proteus* sp.（MB 838）を用いる．

（ii）　培地　ペプトン 5.0 g，肉エキス 3.0 g，酵母エキス 2.0 g，カンテン 15 g 及び水 1000 mL を混和して滅菌し，基層用及び種層用カンテン培地とする．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii）　種層カンテン培地　試験菌を 37 ℃ で 40 ～ 48 時間，試験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し，少なくとも 3 回継代培養する．生育した菌をルー瓶に入れた試験菌移植用カンテン培地 300 mL の表面に接種し，37 ℃ で 40 ～ 48 時間培養した後，発育した菌を水約 30 mL に懸濁する．この液に水を加えて試験菌液とする．加える水の量は，水で 10 倍に希釈した試験菌液の波長 560 nm における透過率が 17 % になる量とする．試験菌液は 10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．試験菌液 1.0 ～ 2.0 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

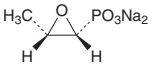
（iv）　標準溶液　ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　器　気密容器．

ホスホマイシンナトリウム

Fosfomycin Sodium



$C_3H_5Na_2O_4P$：182.02

Disodium（2*R*,3*S*）-3-methyloxiran-2-ylphosphonate

［*26016-99-9*］

本品は，*Streptomyces fradiae* の培養又は合成によって得られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 725 ～ 770 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ホスホマイシン（$C_3H_7O_4P$：138.06）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 300）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，

δ 1.5 ppm 付近に二重線のシグナルを示し，δ 2.8 ppm 付近に二重の二重線のシグナルを示し，δ 3.3 ppm 付近に多重線のシグナルを示し，δ 1.3 ppm 付近にシグナルを認めない．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−3.5 ～ −5.5°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.70 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 8.5 ～ 10.5 である．

リン含量 本品約 0.1 g を精密に量り，過ヨウ素酸ナトリウム溶液（107 → 10000）40 mL 及び過塩素酸 2 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム試液 1 mL を加える．この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え，更に水を加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．別にリン酸二水素カリウム約 70 mg を精密に量り，試料原液と同様に操作し，標準原液とする．更に本品を用いないで試料原液と同様に操作し，空試験原液とする．試料原液，標準原液及び空試験原液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1–アミノ–2–ナフトール–4–スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．これらの液を 20±1 ℃ で 30 分間放置した後，それぞれの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 740 nm における吸光度 A_T，A_S，及び A_B を測定するとき，リンの量は 16.2 ～ 17.9 % である．

リン（P）の量（mg）
$= W \times \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times 0.22760$

W：リン酸二水素カリウムの秤取量（mg）

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Proteus* sp.（MB 838）を用いる．

（ii） 培地 ペプトン 5.0 g，肉エキス 3.0 g，酵母エキス 2.0 g，カンテン 15 g 及び水 1000 mL を混和して滅菌し，基層用及び種層用カンテン培地とする．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii） 種層カンテン培地 試験菌を 37 ℃ で 40 ～ 48 時間，試験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し，少なくとも 3 回継代培養する．生育した菌をルー瓶に入れた試験菌移植用カンテン培地 300 mL の表面に接種し，37 ℃ で 40 ～ 48 時間培養した後，発育した菌を水約 30 mL に懸濁する．この液に水を加えて試験菌液とする．加える水の量は，水で 10 倍に希釈した試験菌液の波長 560 nm における透過率が 17 % になる量とする．試験菌液は 10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．試験菌液 1.0 ～ 2.0 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（iv） 標準溶液 ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 密封容器．

注射用ホスホマイシンナトリウム
Fosfomycin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するホスホマイシン（$C_3H_7O_4P$：138.06）を含む．

製法 本品は「ホスホマイシンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品約 0.1 g を過塩素酸溶液（1 → 4）3 mL に溶かし，0.1 mol/L 過ヨウ素酸ナトリウム溶液 1 mL を加え，水浴中 60 ℃ で 30 分間加温する．冷後，水 50 mL を加え，炭酸水素ナトリウム飽和溶液を加えて中和する．この液にヨウ化カリウム試液 1 mL を加えるとき，空試験では赤色を呈するが，本試験においては赤色を呈しない．

（2） 本品の水溶液（1 → 250）2 mL に過塩素酸 1 mL および 0.1 mol/L 過ヨウ素酸ナトリウム溶液 2 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱する．冷後，モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 1 mL 及び 1–アミノ–2–ナフトール–4–スルホン酸試液 1 mL を加えて 30 分間放置するとき，液は青色を呈する．

（3） 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」0.1 g（力価）に対応する量を水 50 mL に溶かした液につき，「ホスホマイシンナトリウム」の確認試験（3）を準用する．

pH〈2.54〉 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.5 である．

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすと

き，液は無色澄明である．

水　分〈2.48〉　4.0 % 以下（25 mg，容量滴定法，直接滴定）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.025 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌，培地，種層カンテン培地及び標準溶液は「ホスホマイシンナトリウム」の定量法を準用する．

（ⅱ）　試料溶液　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　密封容器．

乾燥ボツリヌスウマ抗毒素

Freeze-dried Botulism Antitoxin, Equine

乾燥ボツリヌス抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中の A 型ボツリヌス抗毒素，B 型ボツリヌス抗毒素，E 型ボツリヌス抗毒素及び F 型ボツリヌス抗毒素を含む．ただし，そのいずれかの 1 種，2 種又はその 3 種を含むものとすることができる．

本品は生物学的製剤基準の乾燥ボツリヌスウマ抗毒素の条に適合する．

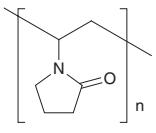
性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色～黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

ポビドン

Povidone

ポリビドン

ポリビニルピロリドン



$(C_6H_9NO)_n$

Poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene]　[*9003-39-8*]

本品は 1-ビニル-2-ピロリドンの直鎖重合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，窒素（N：14.01）11.5 ～ 12.8 % を含む．

本品の K 値は 25 ～ 90 である．

本品はその K 値を表示する．

性　状　本品は白色又はわずかに黄味を帯びた細かい粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品を 105 ℃ で 6 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はポビドン標準品（105 ℃ で 6 時間乾燥したもの）のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は，表示の K 値が 30 又はそれ以下のものについては 3.0 ～ 5.0 であり，表示の K 値が 30 を超えるものについては 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色又は微赤色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　アルデヒド　本品約 1.0 g を精密に量り，pH 9.0 の 0.05 mol/L ピロリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．密栓し，60 ℃ で 60 分間加温した後室温になるまで放冷し，試料溶液とする．別に新たに蒸留したアセトアルデヒド 0.100 g をとり，4 ℃ の水に溶かして正確に 100 mL とする．この液を 4 ℃ で約 20 時間放置し，その 1 mL を正確に量り，pH 9.0 の 0.05 mol/L ピロリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び水 0.5 mL ずつを別々のセルに入れ，pH 9.0 の 0.05 mol/L ピロリン酸塩緩衝液 2.5 mL，及び β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液 0.2 mL を加え，かき混ぜた後密栓して 22±2 ℃ で 2 ～ 3 分間放置する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 340 nm における吸光度を測定し，それぞれの液の吸光度を A_{T1}，A_{S1} 及び A_{B1} とする．更にそれぞれの液にアルデヒドデヒドロゲナーゼ試液 0.05 mL を加え，かき混ぜた後密栓して 22±2 ℃ で 5 分間放置し，同様に操作して吸光度を測定し，それぞれの液の吸光度をそれぞれ A_{T2}，A_{S2} 及び A_{B2} とするとき，アルデヒドの量はアセトアルデヒドとして 500 ppm 以下である．

アルデヒドの量（ppm）

$$= \frac{1000}{W} \times \frac{(A_{T2} - A_{T1}) - (A_{B2} - A_{B1})}{(A_{S2} - A_{S1}) - (A_{B2} - A_{B1})}$$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

（4）　1-ビニル-2-ピロリドン　本品約 0.25 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 5）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 1-ビニル-2-ピロリドン 50 mg をとり，メタノールに溶かして正確に 100 mL とする．

この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，1-ビニル-2-ピロリドンの量は 10 ppm 以下である．

1-ビニル-2-ピロリドンの量（ppm）
$= (2.5 / W) \times (A_T / A_S)$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 mm 及び内径約 4 mm，長さ約 250 mm のそれぞれステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんし，それぞれプレカラム及び分離カラムとする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（4：1）

流量：1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：1-ビニル-2-ピロリドン 0.01 g 及び酢酸ビニル 0.5 g をメタノール 100 mL に溶かす．この液 1 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて 100 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，1-ビニル-2-ピロリドン，酢酸ビニルの順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得た 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク高さが 10 ～ 15 mm になるように調整する．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，1-ビニル-2-ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である．

プレカラムの洗浄：試料溶液を試験した後，移動相をプレカラムに上記の流量で約 30 分間，試験操作と逆の方向に流し，試料を溶出させて洗浄する．

（5） 過酸化物　本品の換算した脱水物 4.0 g に対応する量を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 25 mL に塩化チタン（Ⅲ）・硫酸試液 2 mL を加え 30 分間放置する．この液につき，試料溶液 25 mL に 13 % 硫酸 2 mL を加えた液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 405 nm における吸光度は 0.35 以下である（過酸化水素として 400 ppm 以下）．

（6） ヒドラジン　本品 2.5 g を容量 50 mL の遠心沈殿管に入れ，水 25 mL を加え，かき混ぜて溶かす．サリチルアルデヒドのメタノール溶液（1 → 20）500 μL を加え，かき混ぜ，60 ℃ の水浴中で 15 分間加温する．冷後，トルエン 2.0 mL を加え，密栓して 2 分間激しく振り混ぜ，遠心分離し，上層のトルエン液を試料溶液とする．別にサリチルアルダジン 0.09 g をトルエンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，トルエンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した厚さ 0.25 mm の薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール（2 → 3）を展開溶媒として薄層板の長さの約 3/4 の距離を展開した後，薄層板を風乾する．これに 365 nm の紫外線を照射するとき，標準溶液から得た蛍光スポットの R_f 値は約 0.3 で，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットの蛍光は標準溶液のそれよりも濃くない（1 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.5 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

K 値　本品の換算した脱水物 1.00 g に対応する量を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，60 分間放置し，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25 ℃ で粘度測定法第 1 法〈*2.53*〉により試験を行い，次式により K 値を求めるとき，表示 K 値の 90 ～ 108 % である．

$$K = \frac{1.5 \log \eta_{rel} - 1}{0.15 + 0.003\ c} + \frac{\sqrt{300\ c \log \eta_{rel} + (c + 1.5\ c \log \eta_{rel})^2}}{0.15\ c + 0.003\ c^2}$$

c：溶液 100 mL 中の換算した脱水物の質量（g）

η_{rel}：水の動粘度に対する試料溶液の動粘度の比

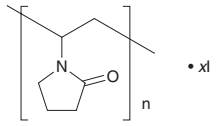
定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，これに硫酸カリウム 33 g，硫酸銅（Ⅱ）五水和物 1 g 及び酸化チタン（Ⅳ）1 g の混合物を粉末とし，その 5 g を加え，フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み，更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える．フラスコを徐々に加熱し，液が黄緑色澄明になり，フラスコの内壁に炭化物を認めなくなってから更に 45 分間加熱を続ける．冷後，水 20 mL を注意しながら加えて冷却する．フラスコを，あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する．受器にはホウ酸溶液（1 → 25）30 mL 及びブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 3 滴を入れ，適量の水を加え，冷却器の下端をこの液に浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）30 mL を加え，注意して水 10 mL で洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，水蒸気を通じて留液 80 ～ 100 mL を得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分で洗い込み 0.025 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.025 mol/L 硫酸 1 mL = 0.700 mg N

貯 法 容 器　気密容器．

ポビドンヨード

Povidone–Iodine



$(C_6H_9NO)_n \cdot xI$

Poly［(2–oxopyrrolidin–1–yl)ethylene］iodine ［*25655–41–8*］

本品は 1–ビニル–2–ピロリドンの重合物とヨウ素の複合体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，有効ヨウ素（I：126.90）9.0 ～ 12.0 % 及び窒素（N：14.01）9.5 ～ 11.5 % を含む．

性　状　本品は暗赤褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 1.5 ～ 3.5 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10）1 滴を薄めたデンプン試液（1 → 10）10 mL に加えるとき，液は濃い青色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えた後，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 1 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 2 滴を加えるとき，液は青色を呈し，徐々に青色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.30 g を水 100 mL に溶かすとき，液は褐色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　ヨウ化物イオン　本品約 0.5 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，亜硫酸水素ナトリウム試液をヨウ素の色が完全に消失するまで加える．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，更に硝酸 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉し，全ヨウ素量を求める（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液が赤褐色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL = 12.69 mg I

全ヨウ素量（%）から有効ヨウ素の量（%）を差し引いて乾燥物に換算したヨウ化物イオンの量を求めるとき，6.6 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 % 以下（1 g，100 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（5 g）．

定 量 法

（1）　有効ヨウ素　本品約 0.5 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 2.538 mg I

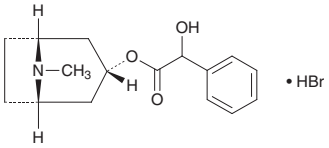
（2）　窒素　本品約 20 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

貯 法 容 器　気密容器．

ホマトロピン臭化水素酸塩

Homatropine Hydrobromide

臭化水素酸ホマトロピン



$C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$：356.25

(1*R*,3*r*,5*S*)–8–Methyl–8–azabicyclo[3.2.1]oct–3–yl［(2*RS*)–2–hydroxy–2–phenyl]acetate monohydrobromide ［*51–56–9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ホマトロピン臭化水素酸塩（$C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

融点：約 214 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 20）5 mL にヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，2,4,6–トリニトロフェノール試液 3 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 184 ～ 187 ℃ である．

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき，液は緑色である．

（2）　アトロピン，ヒヨスチアミン又はスコポラミン　本品 10 mg に硝酸 5 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を *N*,*N*–ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈しない．

（3）　類縁物質　本品 0.15 g を水 3 mL に溶かし，試料溶液とする．

（ⅰ）　試料溶液 1 mL にタンニン酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

（ⅱ）　試料溶液 1 mL に希塩酸及びヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液それぞれ 2 ～ 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.2 g）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）60 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.63 mg $C_{16}H_{21}NO_3$・HBr

貯 法

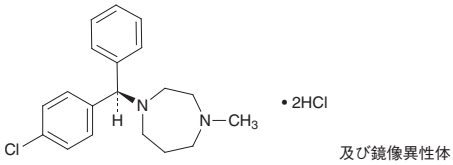
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ホモクロルシクリジン塩酸塩

Homochlorcyclizine Hydrochloride

塩酸ホモクロルシクリジン



$C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl：387.77

1-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]-4-methylhexahydro-1*H*-1,4-diazepine dihydrochloride

[*1982-36-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ホモクロルシクリジン塩酸塩（$C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微褐色の結晶又は粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，アセトニトリル又は無水酢酸に極めて溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品は光によってわずかに着色する．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

融点：約 227 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：223 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/過塩素酸混液（134：66：1）

流量：ホモクロルシクリジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：ホモクロルシクリジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たホモクロルシクリジンのピーク面積が，標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 5 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ホモクロルシクリジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ホモクロルシクリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.39 mg $C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

経口生ポリオワクチン
Live Oral Poliomyelitis Vaccine

本品はⅠ型，Ⅱ型及びⅢ型弱毒生ポリオウイルスを含む．

本品は必要ならば，単価又は 2 価の製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準の経口生ポリオワクチンの条に適合する．

性　状　本品は淡黄赤色～淡赤色澄明の液である．凍結してあるときは，淡白黄色～淡白赤色である．

ポリスチレンスルホン酸カルシウム
Calcium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ，カルシウム型とした陽イオン交換樹脂でである．

本品を乾燥したものは定量するとき 7.0 ～ 9.0 % のカルシウム（Ca：40.08）を含む．

本品の乾燥物 1 g は 0.053 ～ 0.071 g のカリウム（K：39.10）と交換する．

性　状　本品は微黄白色～淡黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え，かき混ぜた後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アンモニウム　本品 1.0 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙をつけた時計皿で覆い，15 分間加熱するとき，発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない（5 ppm 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）スチレン　本品 10.0 g をとり，アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離した上澄液を試料溶液とする．別にスチレン 10 mg にアセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確に量り，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，それぞれの液のスチレンのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき，H_T は H_S より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のステンレス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：スチレンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スチレン 10 mg をアセトン 1000 mL に混和する．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，スチレンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 800 段以上，0.8 ～ 1.2 である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スチレンのピーク高さの相対標準偏差は 5 % 以下である．

（5）　ナトリウム　定量法（1）で得た液 50 mL より，2 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．別に塩化ナトリウムを 130 ℃ で 2 時間乾燥し，この 0.2542 g を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液の適量を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にナトリウム（Na：22.99）1 ～ 3 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液より得た検量線より試料溶液中のナトリウム量を求める（1 % 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0 nm

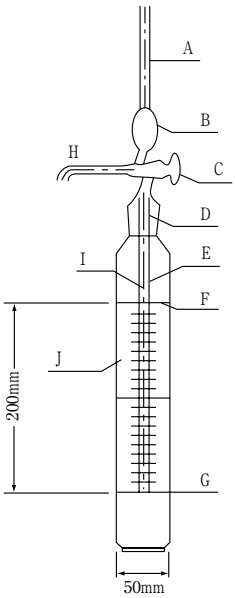
乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，5 時間）．

微 粒 子

（ⅰ）　装置　図に示すものを用いる．

（ⅱ）　操作法　本品を乾燥し，その約 5.5 g を精密に量り，25 ℃ の水 300 mL を加え，5 分間かき混ぜる．これを 25 ℃ に保った沈降管 J に移し，沈降管 J の 20 cm 標線 F の 2 mm 下まで 25 ℃ の水を加えた後，ピペットを挿入する．三方コック C を開いて空気を排出し，水を通気口 D より 20 cm 標線 F まで正確に加えて，三方コック C を閉じる．装置を横方向及び縦方向に十分に振りながら，内容物を分散させた後，三方コック C を開いて，25±1 ℃ で，5 時間 15 分間静置する．

次に沈降管 J 中の懸濁液を正確にピペット球目盛線 A まで吸い上げ，ピペット排出管 H の方向に三方コック C を開いてとる．更に同じ操作を繰り返し，合わせて 20 mL の懸濁液を正確にとる．この液を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で恒量になるまで乾燥し，その質量 W_S（g）を求める．また，使用した水 20 mL を正確に量り，同様に操作し，質



ピペット毛細管挿入時の20 cm標線までの内容量：550 mL
1回の吸引量：10 mL

A：ピペット球目盛線
B：吸上げ用ピペット球
C：三方コック
D：通気口
E：ピペット吸上げ管
F：20cm標線
G：0cm基線
H：ピペット排出管
I：ピペット毛細管
J：沈降管

図　アンドレアゼンピペット

量 W_B（g）を求める．W_S，W_B の差 mi（g）を求め，次の式によって微粒子の量（S）を求めるとき，0.1 % 以下である．

$$S\ (\%) = \{(mi \times V) / (20 \times W_T)\} \times 100$$

W_T：本品の秤取量（g）
V：ピペット毛細管挿入時の20 cm 標線までの内容積（mL）

定 量 法

（1）　カルシウム　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，3 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて分散させ，これを下に 50 mL のメスフラスコの受器をおき，底にガラスウールを入れた内径 12 mm，高さ 70 mm のクロマトグラフィー管に 3 mol/L 塩酸試液少量を用いて完全に洗いこむ．更に 3 mol/L 塩酸試液を用いて液量が約 45 mL となるまで溶出する．次に水を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，アンモニア試液を加えて，正確に pH 10 に調整した後，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が消え，青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.004 mg Ca

（2）　カリウム交換容量　本品を乾燥し，その約 1.0 g を精密に共栓ガラス容器に量り，カリウム標準原液 50 mL を正確に加えて，120 分間かき混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にカリウム標準原液適量を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にカリウム（K：39.10）0.5 ～ 2.5 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で，原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて，試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y（mg）を求める．次の式によって本品の乾燥物 1 g のカリウム交換量を計算するとき，53 ～ 71 mg である．

本品の乾燥物 1 g 当たりのカリウム（K）交換量（mg）
　= $(X - 100Y) / W$

X：交換前のカリウム標準原液50 mL中のカリウム量（mg）
W：本品の乾燥物の秤取量（g）

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：カリウム中空陰極ランプ
波長：766.5 nm

貯　法　容　器　気密容器．

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム
Sodium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ，ナトリウム型とした陽イオン交換樹脂である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ナトリウム（Na：22.99）9.4 ～ 11.0 % を含む．

本品の換算した脱水物 1 g は 0.110 ～ 0.135 g のカリウム（K：39.10）と交換する．

性　状　本品は黄褐色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 g に希塩酸 10 mL を加え，かき混ぜた後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） アンモニウム　本品 1.0 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙を付けた時計皿で覆い，15 分間加熱するとき，発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） スチレン　本品 10.0 g をとり，アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離した上澄液を試料溶液とする．別にスチレン 10 mg をとり，アセトンに溶かして正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のスチレンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：スチレンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スチレン及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.02 g ずつをアセトン 100 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，アセトンを加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，スチレンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スチレンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法

（1） ナトリウム　本品の換算した脱水物約 1 g を精密に共栓ガラス容器に量り，3 mol/L 塩酸試液 50 mL を正確に加えて，60 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にナトリウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にナトリウム（Na：22.99）1 ～ 3 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて，試料溶液中のナトリウム含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0 nm

（2） カリウム交換容量　本品の換算した脱水物約 1.5 g を精密に共栓ガラス容器に量り，カリウム標準原液 100 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にカリウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にカリウム（K：39.10）1 ～ 5 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y（mg）を求める．次の式によって本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム交換量を計算するとき，0.110 ～ 0.135 g である．

本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム（K）交換量（mg）

$= (X - 100Y) / W$

X：交換前のカリウム標準原液 100 mL 中のカリウム量（mg）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：カリウム中空陰極ランプ

波長：766.5 nm

貯　法　容　　器　気密容器．

ポリソルベート 80

Polysorbate 80

本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもののポリオキシエチレンエーテルである．

性　状　本品は無色～だいだい黄色の粘稠性のある液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦く，温感がある．

本品はメタノール，エタノール（95），温エタノール（95），ピリジン又はクロロホルムと混和する．

本品は水に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，希塩酸を加えて酸性にするとき，液は白濁する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に臭素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，試液の色は消える．

（3） 本品 6 mL に水 4 mL を常温又はそれ以下の温度で混ぜ合わせるとき，ゼリーようの塊となる．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）10 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 5 mL を加えてよく振

り混ぜ，更にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜて静置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

粘　度〈*2.53*〉　345 ～ 445 mm²/s（第 1 法，25 ℃）．

比　重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：1.065 ～ 1.095

酸　価〈*1.13*〉　2.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　45 ～ 55

ヨウ素価〈*1.13*〉　19 ～ 24　ただし，シクロヘキサンの代わりにクロロホルムを用い，指示薬を用いないで滴定〈*2.50*〉し，その終点はヨウ素の黄色が消えるときとする．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（1 g，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（2 g）．

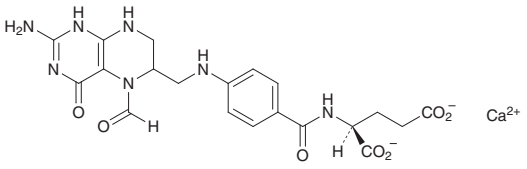
貯　法　容　　器　気密容器．

ホリナートカルシウム

Calcium Folinate

ホリン酸カルシウム

ロイコボリンカルシウム



$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$：511.50

Monocalcium *N*-{4-[(2-amino-5-formyl-4-oxo-1,4,5,6,7,8-hexahydropteridin-6-yl)methylamino]benzoyl}-L-glutamate　［*1492-18-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ホリナートカルシウム（$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$）95.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はホリナートカルシウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したホリナートカルシウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2），（3）及び（4）を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.40 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（50 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　本品約 0.2 g を乾燥した滴定フラスコに精密に量り，酢酸（100）25 mL に溶かす．次に水・メタノール標準液 10.0 mL を加え，水分測定用試液で終点まで滴定し，試験を行うとき，水分は 17.0 % 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

定 量 法　本品約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品約 17.5 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のホリナートのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ホリナートカルシウム（$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：水 860 mL にアセトニトリル 100 mL，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液 15 mL を加えた後，2 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整し，更に水を加えて，1000 mL とする．

流量：ホリナートの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：葉酸 17.5 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 5 mL に標準溶液 20 mL を加えた液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ホリナート，葉酸の順に溶出し，その分離度が 3.6 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，ホリナートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ポリミキシン B 硫酸塩

Polymixin B Sulfate

硫酸ポリミキシン B



ポリミキシンB_1：　R = 6-メチルオクタン酸
Dbu = L-α,γ-ジアミノ酪酸

ポリミキシンB_2：　R = 6-メチルヘプタン酸
Dbu = L-α,γ-ジアミノ酪酸

本品は，*Bacillus polymyxa* の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 6500 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ポリミキシン B（$C_{55\sim56}H_{96\sim98}N_{16}O_{13}$）としての量を単位で示し，その 1 単位はポリミキシン B 硫酸塩（$C_{55\sim56}H_{96\sim98}N_{16}O_{13}\cdot1\sim2H_2SO_4$）0.129 μg に対応する．

性　状　本品は白色～黄褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）本品の水溶液（1 → 10）5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加え，振り混ぜながら硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 100）5 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）本品及びポリミキシン B 硫酸塩標準品 5 mg ずつをそれぞれ共栓試験管にとり，薄めた塩酸（1 → 2）1 mL に溶かし，栓をして 135 ℃ で 5 時間加熱した後，水浴上で蒸発乾固し，塩酸臭がなくなるまで加熱を続ける．残留物を水 0.5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液（1）とする．別に L-ロイシン，L-トレオニン，フェニルアラニン及び L-セリン 20 mg ずつをそれぞれ水 10 mL に溶かし，標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）3 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．この薄層板を飽和した展開溶媒の蒸気に 15 時間さらした後，フェノール/水混液（3：1）を展開溶媒として，遮光して約 13 cm 展開する．展開後，薄層板を 110 ℃ で 5 分間乾燥し，これにニンヒドリン・酢酸試液を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た各々のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）から得た各々のスポットの R_f 値と等しい．また，試料溶液から得たスポットは，それぞれ標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たスポットに対応する位置に認められ，標準溶液（5）から得たスポットに対応する位置には認められない．

（3）本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−78 ～ −90°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

フェニルアラニン　本品約 0.375 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸に溶かし，正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 252 nm，258 nm，264 nm，280 nm 及び 300 nm における吸光度 A_1，A_2，A_3，A_4 及び A_5 を測定する．次式によりフェニルアラニンの量を求めるとき，9.0 ～ 12.0 % である．

フェニルアラニンの量（%）
$= \{(A_2 - 0.5A_1 + 0.5A_3 - 1.8A_4 + 0.8A_5) / W_T\} \times 9.4787$

W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量（g）

純度試験　重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.75 % 以下（1 g）．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌　*Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ⅱ） 種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地　ペプトン 10.0 g，肉エキス 3.0 g，塩化ナトリウム 30.0 g，カンテン 20.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．ただし，滅菌後の pH〈*2.54*〉は 6.5 ～ 6.6 とする．

（ⅲ） 標準溶液　ポリミキシン B 硫酸塩標準品約 200000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4000 単位及び 1000 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ） 試料溶液　本品約 200000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4000 単位及び 1000 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ホルマリン

Formalin

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド（CH_2O：30.03）35.0 ～ 38.0 % を含む．

本品は重合を避けるためメタノール 5 ～ 13 % を加えてある．

性　状　本品は無色澄明の液で，そのガスは粘膜を刺激する．

本品は水又はエタノール（95）と混和する．

本品は長く保存するとき，特に寒冷時に混濁することがある．

確認試験

（1） 本品 2 mL に水 10 mL 及び硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えるとき，灰色の沈殿を生じるか，又は管壁

に銀鏡を生じる．

（2） 本品 2 滴をサリチル酸 0.1 g に硫酸 5 mL を加えて溶かした液に加え，加温するとき，液は持続する暗赤色を呈する．

純度試験 酸 本品 20 mL に水 20 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.0 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加えるとき，液の色は青色である．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.06 w/v% 以下（5 mL，蒸発後）．

定 量 法 はかり瓶に水 5 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 1 g を加え，再び精密に量る．次に水を加えて正確に 100 mL とし，その 10 mL を正確に量り，正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を加え，更に水酸化カリウム試液 20 mL を加え，15 分間常温で放置した後，希硫酸 15 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.501 mg CH_2O

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ホルマリン水

Formalin Water

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド（CH_2O：30.03）0.9 ～ 1.1 w/v% を含む．

製 法

ホルマリン	30 mL
常水又は精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性 状 本品は無色澄明の液で，わずかにホルムアルデヒドのにおいがある．

本品はほとんど中性である．

定 量 法 本品 20 mL を正確に量り，1 mol/L 水酸化カリウム液 2.5 mL を入れた 100 mL のメスフラスコに入れ，水を加えて 100 mL とし，その 10 mL を正確に量り，以下「ホルマリン」の定量法を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.501 mg CH_2O

貯 法 容 器 気密容器．

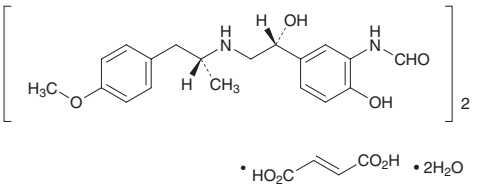
ホルモテロールフマル酸塩水和物

Formoterol Fumarate Hydrate

フマル酸フォルモテロール

フマル酸ホルモテロール

ホルモテロールフマル酸塩



$(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O$：840.91

N–(2–Hydroxy–5–{(1*RS*)–1–hydroxy–2–[(1*RS*)–2–(4–methoxyphenyl)–1–methylethylamino]ethyl}phenyl)formamide hemifumarate monohydrate ［*43229–80–7*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ホルモテロールフマル酸塩［$(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$：804.88］98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 138 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を 0.5 mol/L 硫酸試液 20 mL に溶かし，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 3 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL で洗った後，ジエチルエーテル層を減圧で留去し，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，得られた残留物の融点〈*2.60*〉は約 290 ℃（分解，封管中）である．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/1,4–ジオキサン/エタノール

(99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (20：20：10：3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分 〈*2.48*〉 4.0 ～ 5.0 % (0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g)．

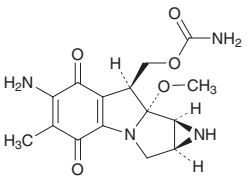
定 量 法 本品約 0.7 g を精密に量り，酢酸 (100) 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈*2.50*〉 する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.24 mg $(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

マイトマイシン C

Mitomycin C



$C_{15}H_{18}N_4O_5$：334.33

(1a*S*，8*S*，8a*R*，8b*S*)−6−Amino−4，7−dioxo−8a−methoxy−5−methyl−1，1a，2，8，8a，8b−hexahydroazirino[2′，3′：3，4]pyrrolo−[1，2−*a*]indol−8−ylmethyl carbamate [*50−07−7*]

本品は，*Streptomyces caespitosus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 970 ～ 1030 μg (力価) を含む．ただし，本品の力価は，マイトマイシン C ($C_{15}H_{18}N_4O_5$) としての量を質量 (力価) で示す．

性　状 本品は青紫色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*，*N*−ジメチルアセトアミドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール (99.5) に極めて溶けにくい．

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100000) につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシン C 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

(2) 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシン C 標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液及び標準溶液調製後速やかに行う．本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマイトマイシン C 以外の各々のピーク面積は標準溶液のマイトマイシン C のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のマイトマイシン C 以外のピークの合計面積は標準溶液のマイトマイシン C のピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 20 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

移動相 B：0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 20 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液にメタノール 1000 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 30	100 → 0	0 → 100
30 ～ 45	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からマイトマイシン C の保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たマイトマイシン C のピーク面積が標準溶液のマイトマイシン C のピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 25 mg 及び 3−エトキシ−4−ヒドロキシベンズアルデヒド 40 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，マイトマイシン C，3−エトキシ−4−ヒドロキシベンズアルデヒドの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，マイトマイシン C のピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 1.0 % 以下 (0.1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間)．

定 量 法 本品及びマイトマイシン C 標準品約 25 mg (力価) に対応する量を精密に量り，それぞれを *N*，*N*−ジメチルアセトアミドに溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及

び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のマイトマイシン C のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

マイトマイシン C（$C_{15}H_{18}N_4O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：マイトマイシン C 標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：365 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 40 mL に薄めた酢酸（100）(1 → 20) 5 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 600 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：マイトマイシン C の保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：マイトマイシン C 標準品 25 mg 及び 3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド 0.375 g を *N*,*N*-ジメチルアセトアミド 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，マイトマイシン C，3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒドの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，マイトマイシン C のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

マーキュロクロム

Mercurochrome

メルブロミン

本品はフルオレセインを臭素化及び水銀化した色素混合物のナトリウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，臭素（Br：79.90）18.0 ～ 22.4 % 及び水銀（Hg：200.59）22.4 ～ 26.7 % を含む．

性 状 本品は青緑色～帯緑赤褐色の小葉片又は粒で，においはない．

本品は水に溶けやすいが，わずかに不溶分を残すことがあり，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2000）は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．

（2） 本品の水溶液（1 → 250）5 mL に希硫酸 3 滴を加えるとき，赤みのだいだい色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.1 g を試験管にとり，ヨウ素の小片を加えて加熱するとき，管壁上部に赤色の結晶を生じる．黄色の結晶を生じるときは，これをガラス棒でこするとき，赤色に変わる．

（4） 本品 0.1 g を磁製るつぼにとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）1 mL を加え，かき混ぜながら蒸発乾固した後，強熱する．残留物を水 5 mL に溶かし，塩酸を加えて酸性とし，塩素試液 3 滴及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄褐色を呈する．

純度試験

（1） 色素 本品 0.40 g に水を加えて 20 mL とし，希硫酸 3 mL を加え，ろ過するとき，液の色は色の比較液 C より濃くない．

（2） 可溶性ハロゲン化物 本品 5.0 g を水 80 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 40 mL をネスラー管にとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，直射日光を避け，5 分間放置するとき，混濁を生じないか，又は生じることがあっても次の比較液の呈する混濁より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて同様に操作する．

（3） 可溶性水銀塩 （1）のろ液 5 mL に水 5 mL を加えて試料溶液とする．別に塩化水銀（Ⅱ）40 mg を正確に量り，水に溶かし 1000 mL とした液 20 mL に希硫酸 3 mL を加える．この液 5 mL に水 5 mL を加え，比較液とする．両液に硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，比較するとき，試料溶液の色は比較液より濃くない．

（4） 不溶性水銀化合物 本品 2.5 g を水 50 mL に溶かし，24 時間放置した後，遠心分離し，沈殿を洗液が無色となるまで少量の水で洗い，共栓フラスコに移し，正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 5 mL を加え，しばしば振り混ぜて 1 時間放置した後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 4.3 mL を振り混ぜながら滴加し，更にデンプン試液 1 mL を加えるとき，液の色は青色である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法

（1） 水銀 本品を粉末とした後，乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 50 mL に溶かし，酢酸（31）8 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，更に正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を加えて密栓し，しばしば強く振り混ぜて 1 時間放置する．この液を再び激しく振り動かしながら過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 10.03 mg Hg

（2） 臭素 本品を粉末とした後，乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，るつぼに入れ，硝酸カリウム 2 g，炭酸カリウム 3 g 及び無水炭酸ナトリウム 3 g を加えてよく混和し，更にその表面を炭酸カリウム及び無水炭酸ナトリウムの等量混合物 3 g で覆い，ほとんど融解するまで加熱する．冷後，温湯 80 mL を加えて溶かし，硝酸を加えて酸性とし，

0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 7.990 mg Br

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

マーキュロクロム液

Mercurochrome Solution
メルブロミン液

本品は定量するとき，水銀（Hg：200.59）0.42 ～ 0.56 w/v% を含む．

製　法

マーキュロクロム	20 g
精　製　水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，振り混ぜて製する．

性　状　本品は暗赤色の液である．

確認試験
（1）　本品 1 mL に水 40 mL を加えるとき，液は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．
（2）　本品 1 mL に水 4 mL を加え，希硫酸 3 滴を加えるとき，赤みのだいだい色の沈殿を生じる．
（3）　本品 5 mL を蒸発乾固し，残留物につき，「マーキュロクロム」の確認試験（3）を準用する．
（4）　本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）1 mL を加え，以下「マーキュロクロム」の確認試験（4）を準用する．

純度試験　色素　本品 20 mL に希硫酸 3 mL を加え，生じた沈殿をろ過するとき，ろ液の色は色の比較液 C より濃くない．

定 量 法　本品 30 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 20 mL を加え，酢酸（31）8 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，以下「マーキュロクロム」の定量法（1）を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 10.03 mg Hg

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

マクロゴール 400

Macrogol 400
ポリエチレングリコール 400

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 7 ～ 9 である．

性　状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はピリジンと混和する．

本品はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

本品はやや吸湿性である．

凝固点：4 ～ 8 ℃

比重　d_{20}^{20}：1.110 ～ 1.140

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験
（1）　酸　本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．
（2）　エチレングリコール及びジエチレングルコール　本品 4.0 g を水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 50 mg ずつを精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} を測定し，エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき，エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25 % 以下である．

エチレングリコールの量（mg）
$= W_{Sa} \times (H_{Ta} / H_{Sa}) \times (1 / 10)$

ジエチレングリコールの量（mg）
$= W_{Sb} \times (H_{Tb} / H_{Sb}) \times (1 / 10)$

W_{Sa}：エチレングリコールの秤取量（mg）
W_{Sb}：ジエチレングリコールの秤取量（mg）

操作条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径約 3 mm，長さ約 1.5 m の管にガスクロマトグラフィー用D-ソルビトールを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 12 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：165 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素又はヘリウム
流量：ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，エチレングリコール，ジエチレングリコールの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
検出感度：標準溶液 2 μL から得たジエチルグリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する．

平均分子量試験　無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16 時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，これに本品約 1.5 g を精密に量って加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98±2℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃ で 30 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 ＝（$W \times 4000$）/（$a - b$）

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 380 ～ 420 である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　気密容器．

マクロゴール 1500

Macrogol 1500

ポリエチレングリコール 1500

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n が 5 ～ 6 及び 28 ～ 36 の等量混合物である．

性　状　本品は白色の滑らかなワセリンようの固体で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，ピリジン又はジフェニルエーテルに極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：37 ～ 41℃

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　エチレングリコール及びジエチレングリコール　本品 50.0 g を 250 mL の蒸留フラスコにとり，ジフェニルエーテル 75 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，0.13 ～ 0.27 kPa の減圧でゆっくり蒸留し，1 mL 目盛付きの 100 mL の容器に留液 25 mL をとる．留液に水 20 mL を正確に加え，激しく振り混ぜた後，氷水中で冷却し，ジフェニルエーテルを凝固させ，25 mL のメスフラスコ中にろ過する．残留物を氷冷した水 5.0 mL で洗い，洗液はろ液に合せ，加温して室温とした後，水を加えて 25 mL とする．この液を共栓フラスコに移し，新たに蒸留したアセトニトリル 25.0 mL を加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にジエチレングリコール 62.5 mg をとり，新たに蒸留したアセトニトリルを用いて調製した水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確にとり，それぞれに硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 15 mL を正確に加える．この液につき，2 ～ 5 分の間に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，450 nm 付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　気密容器．

マクロゴール 4000

Macrogol 4000

ポリエチレングリコール 4000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 59 ～ 84 である．

性　状　本品は白色のパラフィンようの塊，薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：53 ～ 57℃

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約 12.5 g を精密に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約 25 mL を加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L

の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98 ± 2 ℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98 ± 2 ℃ で 30 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 $= (W \times 4000) / (a - b)$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 2600 ～ 3800 である．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．
貯　法　容　器　密閉容器．

マクロゴール 6000

Macrogol 6000
ポリエチレングリコール 6000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 165 ～ 210 である．

性　状　本品は白色のパラフィンようの塊，薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，ピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：56 ～ 61 ℃

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸　本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約 12.5 g を精密に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約 25 mL を加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98 ± 2 ℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98 ± 2 ℃ で 30 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 $= (W \times 4000) / (a - b)$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 7300 ～ 9300 である．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．
貯　法　容　器　密閉容器．

マクロゴール 20000

Macrogol 20000
ポリエチレングリコール 20000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 340 ～ 570 である．

性　状　本品は白色のパラフィンようの薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95），エーテル（99.5），石油ベンジン又はマクロゴール 400 にほとんど溶けない．

凝固点：56 ～ 64 ℃

確認試験　本品 0.05 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸　本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約 15 g を精密に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約 25 mL を加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16 時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98 ± 2 ℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98 ± 2 ℃ で 60 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 ＝（W × 4000）/（a − b）

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 15000 ～ 25000 である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

マクロゴール軟膏

Macrogol Ointment

ポリエチレングリコール軟膏

製　法

マクロゴール 4000	500 g
マクロゴール 400	500 g
全　　量	1000 g

本品は「マクロゴール 4000」及び「マクロゴール 400」をとり，水浴上で 65 ℃ に加温して溶かした後，固まるまでよくかき混ぜて製する．ただし，「マクロゴール 4000」及び「マクロゴール 400」のそれぞれ 100 g 以内の量を互いに増減して全量 1000 g とし，適当な稠度の軟膏を製することができる．

性　状　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

貯　法　容　　器　気密容器．

乾燥弱毒生麻しんワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Measles Vaccine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は弱毒生麻しんウイルスを含む．

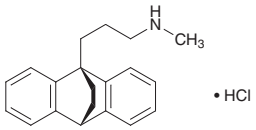
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生麻しんワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液となる．

マプロチリン塩酸塩

Maprotiline Hydrochloride

塩酸マプロチリン



$C_{20}H_{23}N$・HCl：313.86

3-(9, 10-Dihydro-9, 10-ethanoanthracen-9-yl)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride ［*10347-81-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，マプロチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水に溶けにくい．

融点：約 244 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をエタノール（99.5）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液（1 → 200）5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノ

ールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノール/薄めたアンモニア水（28）(1 → 3)/酢酸エチル混液（14：5：4）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）180 mL に溶かし，硝酸ビスマスの酢酸（100）溶液（1 → 50）8 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.39 mg $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

乾燥まむしウマ抗毒素

Freeze-dried Mamushi Antivenom, Equine

乾燥まむし抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のまむし抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥まむしウマ抗毒素の条に適合する．

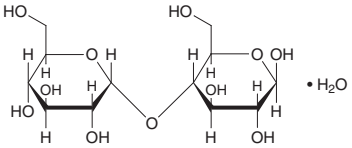
性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

マルトース水和物

Maltose Hydrate

麦芽糖

マルトース



$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$：360.31

α-D-Glucopyranosyl-(1→4)-β-D-glucopyranose monohydrate ［6363-53-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，マルトース水和物（$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は甘い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 5 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+126 ～ +131° 本品を乾燥し，その約 10 g を精密に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，この液につき層長 100 mm で測定する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 10 g をとり，水 30 mL を入れたネスラー管に加え，60 ℃ の水浴中で加温して溶かす．冷後，水を加えて 50 mL とするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 1.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（4 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，更に濃縮して 5 mL とする．冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（6） デキストリン，溶性でんぷん及び亜硫酸塩 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は黄色を呈し，更にデンプン試液 1 滴を加えるとき，液は青色を呈する．

（7） 窒素 本品約 2 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 0.01 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 45 mL とする．

（8） 類縁物質 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマルトースより前に溶出する物質のピークの合計面積は，標準溶液のマルトースのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．また，試料溶液のマルトースより後に溶出する物質のピークの合計面積は，標準溶液のマルトースのピーク面積の 1/2 より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は，定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たマルトースのピーク高さが約 30 mm になるように調整する．

面積測定範囲：マルトースの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，4 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びマルトース標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するマルトースのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

マルトース（$C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：マルトース標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 エチレングリコール溶液（1 → 50）

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径約 8 mm，長さ約 55 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %）を充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：水

流量：マルトースの保持時間が約 18 分になるように調整する．

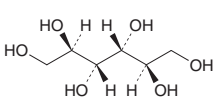
カラムの選定：マルトース 0.25 g，ブドウ糖 0.25 g 及びエチレングリコール 0.4 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，マルトース，ブドウ糖，エチレングリコールの順に溶出し，マルトースとブドウ糖の分離度が 4 以上のものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

D-マンニトール

D-Mannitol

D-マンニット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D-Mannitol ［*69-65-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，D-マンニトール（$C_6H_{14}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品の飽和水溶液 5 滴に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）5 滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，これを強く振り混ぜるとき，液は澄明となる．更に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）を追加しても沈殿を生じない．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もしこれらのスペクトルに差を認めるときは，本品 1 g を温湯 3 mL に溶かした後，5 ℃ で 24 時間又は結晶が析出するまで放置した後，ろ過する．得られた結晶を少量の冷水で洗った後，105 ℃ で 4 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋 光 度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+137 ～ +145° 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（1 → 20）80 mL に溶かし，薄めた硫酸（1 → 35）を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，層長 100 mm で測定する．

融 点 〈2.60〉 166 ～ 169 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.007 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（6） ニッケル 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（7） ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（8） 糖類 本品 5.0 g に水 15 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和する（指示薬：メチルオレンジ試液 2 滴）．更に水を加えて 50 mL とし，その 10 mL をフラスコに量り，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加えて穏やかに 3 分間煮沸した後，放置して酸化銅（Ⅰ）を沈殿させる．次いで上澄液をガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し，沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿に硫酸鉄（Ⅲ）試液 20 mL を加えて溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃ に加熱し，0.02 mol/L 過マンガ

ン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は 1.0 mL 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器 密閉容器．

D–マンニトール注射液

D–Mannitol Injection

D–マンニット注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する D–マンニトール（$C_6H_{14}O_6$：182.17）を含む．

製 法 本品は「D–マンニトール」をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，味は甘い．

本品は結晶を析出することがある．

確認試験 本品を水浴上で濃縮して飽和溶液とし，この液 5 滴につき，「D–マンニトール」の確認試験（1）を準用する．

pH〈*2.54*〉 4.5 ～ 7.0

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の D–マンニトール（$C_6H_{14}O_6$）約 5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，次にこの液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「D–マンニトール」の定量法を準用する．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

ミグレニン

Migrenin

本品はアンチピリン 90，カフェイン 9 及びクエン酸 1 の質量の割合からなる．

本品を乾燥したものは定量するとき，アンチピリン（$C_{11}H_{12}N_2O$：188.23）87.0 ～ 93.0 % 及びカフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19）8.6 ～ 9.5 % を含む．

性 状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

本品は湿気及び光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴及び希硫酸 1 mL を加えるとき，液は濃緑色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL に塩酸 1 滴及びホルムアルデヒド液 0.2 mL を加え，30 分間水浴中で加熱した後，アンモニア試液の過量を加えてろ過する．ろ液に塩酸を加えて酸性とし，クロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム層を分取し，水浴上で蒸発し，残留物に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき消える．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 104 ～ 110 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） アンチピリン 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れて，酢酸ナトリウム試液 25 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え，時々振り混ぜて 20 分間放置した後，クロロホルム 15 mL を加えて沈殿を溶かし，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 9.411 mg $C_{11}H_{12}N_2O$

（2）カフェイン 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別にカフェイン標準品を 80 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて溶かし，10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：カフェイン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エテンザミドのクロロホルム溶液（1 → 50）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2.6 mm，長さ 210 cm のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エテンザミドの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンチピリン 0.9 g 及びカフェイン 0.09 g をクロロホルム 10 mL に溶かす．この液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，アンチピリンの順に流出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

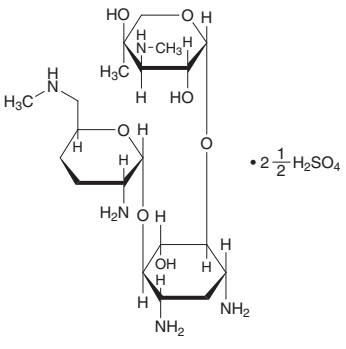
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ミクロノマイシン硫酸塩

Micronomicin Sulfate

硫酸ミクロノマイシン



$C_{20}H_{41}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：708.77

2-Amino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methylamino-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine hemipentasulfate

［*52093-21-7*，ミクロノマイシン］

本品は，*Micromonospora sagamiensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 590 ～ 660 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミクロノマイシン（$C_{20}H_{41}N_5O_7$：463.57）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エチレングリコールにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びミクロノマイシン硫酸塩標準品 50 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/1-ブタノール/アンモニア水（28）混液（10：8：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン/ピリジン混液（25：1）溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を加えても沈殿は溶けない．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋110 ～ ＋130°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.40 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/1-ブタノール/アンモニア水（28）混液（10：8：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン/ピリジン混液（25：1）溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）を用いる）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ⅱ） 培地 培地（1）の 1）のⅰを用いる．

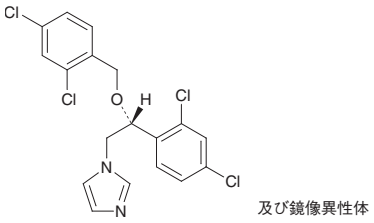
（ⅲ） 標準溶液 ミクロノマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ミコナゾール

Miconazole



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$：416.13

1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole ［*22916-47-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ミコナゾール（$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈*2.60*〉 84 ～ 87 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（60：30：10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 20 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の淡黄褐色が淡黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

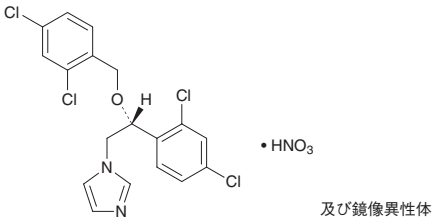
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.61 mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

ミコナゾール硝酸塩

Miconazole Nitrate

硝酸ミコナゾール



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$：479.14

1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole mononitrate ［*22832-87-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ミコナゾール硝酸塩（$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95），アセトン又は酢酸（100）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：約 180 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100）2 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100）につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（4） 本品のメタノール溶液（1 → 100）は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をメタノール 100 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.10 g をとり，希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.09 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（60：30：10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 20 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 47.91 mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ミツロウ

Yellow Beeswax

CERA FLAVA

黄蝋

本品はヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné 又はトウヨウミツバチ *Apis indica* Radoszkowski（*Apidae*）などのミツバチの巣から得たろうを精製したものである．

性 状 本品は淡黄色～帯褐黄色の塊で，敗油性でない特異なにおいがある．

本品は冷時では比較的割りやすく，割面は非結晶粒状性である．

酸 価〈*1.13*〉 5 ～ 9 又は 17 ～ 22. 本品約 6 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，エタノール（99.5）50 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 mL を加え，以下酸価の試験を行う．ただし，溶媒はあらかじめ中和せずに同様の方法で空試験を行い，補正する．

けん化価〈*1.13*〉 80 ～ 100 本品約 3 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL 及びエタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 4 時間加熱し，以下けん化価の試験を行う．

融 点〈*1.13*〉 60 ～ 67 ℃

純度試験 パラフィン，脂肪，もくろう又は樹脂 本品をなるべく低温で融解し，エタノール（95）中に滴加して球粒を製し，24 時間空気中に放置した後，これを比重 0.95 及び 0.97 に調製したエタノール（95）及び水の混液にそれぞれ投入するとき，球粒は比重 0.95 の混液では沈むか又は懸留し，比重 0.97 の混液では浮かぶか又は懸留する．

貯 法 容 器 密閉容器．

サラシミツロウ

White Beeswax

CERA ALBA

白蝋

本品は「ミツロウ」を漂白したものである．

性 状 本品は白色～帯黄白色の塊で，特異なにおいがある．

本品は冷時では比較的割りやすく，割面は非結晶粒状性である．

本品はジエチルエーテルに溶けにくく，水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

酸 価〈*1.13*〉 5 ～ 9 又は 17 ～ 22. 本品約 6 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，エタノール（99.5）50 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 mL を加え，以下酸価の試験を行う．ただし，溶媒はあらかじめ中和せずに同様の方法で空試験を行い，補正する．

けん化価〈*1.13*〉 80 ～ 100 本品約 3 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL 及びエタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 4 時間加熱し，以下

けん化価の試験を行う．

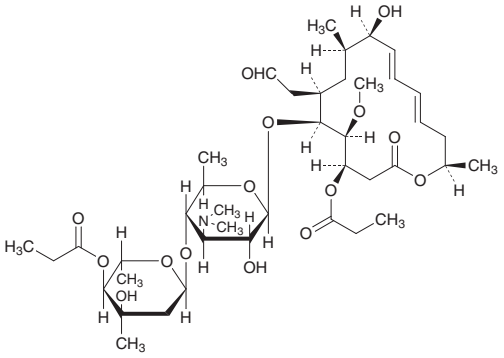
融　点〈*1.13*〉　60 ～ 67 ℃

純度試験　パラフィン，脂肪，もくろう又は樹脂　本品をなるべく低温で融解し，エタノール（95）中に滴加して球粒を製し，24 時間空気中に放置した後，これを比重 0.95 及び 0.97 に調製したエタノール（95）及び水の混液にそれぞれ投入するとき，球粒は比重 0.95 の混液では沈むか又は懸留し，比重 0.97 の混液では浮かぶか又は懸留する．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ミデカマイシン

Midecamycin



$C_{41}H_{67}NO_{15}$：813.97

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[2,6-Dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propionyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propanonyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*35457-80-8*]

本品は，*Streptomyces mycarofaciens* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミデカマイシン（$C_{41}H_{67}NO_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　153 ～ 158 ℃

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　ミデカマイシン標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準溶液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

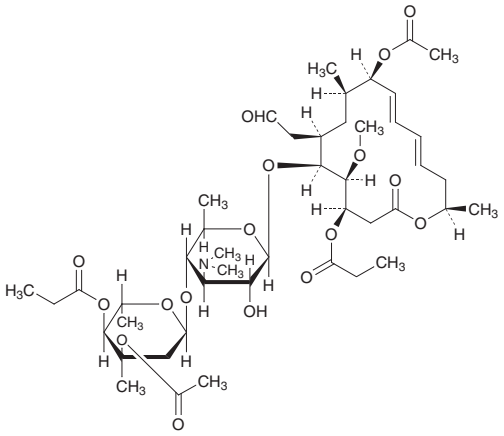
（iv）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

ミデカマイシン酢酸エステル

Midecamycin Acetate

酢酸ミデカマイシン



$C_{45}H_{71}NO_{17}$：898.04

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-9-Acetoxy-5-[3-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propanonyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-propionyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*55881-07-7*]

本品は，ミデカマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950

～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミデカマイシン酢酸エステル（$C_{45}H_{71}NO_{17}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したミデカマイシン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1.0 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　ミデカマイシン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準溶液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

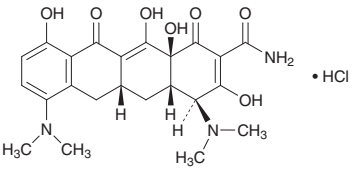
（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　器　気密容器．

ミノサイクリン塩酸塩

Minocycline Hydrochloride

塩酸ミノサイクリン



$C_{23}H_{27}N_3O_7$・HCl：493.94

(4*S*,4a*S*,5a*R*,12a*S*)-4,7-Bis(dimethylamino)-3,10,12,12a-tetrahydroxy-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride ［*13614-98-7*］

本品は，テトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 890 ～ 950 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミノサイクリン（$C_{23}H_{27}N_3O_7$：457.48）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の塩酸のメタノール溶液（19 → 20000）溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 560 nm における吸光度は 0.06 以下である．ただし，試験は溶液調製後，1 時間以内に行う．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をとり，移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液調製後，速やかに試験を行う．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を

求めるとき，エピミノサイクリンは 1.2 % 以下であり，ミノサイクリン及びエピミノサイクリン以外の各々のピーク面積は 1.0 % 以下である．また，ミノサイクリン及びエピミノサイクリン以外の各々のピークの合計面積は 2.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

流量：ミノサイクリンの保持時間が約 12 分になるように調整する．この条件で，エピミノサイクリンの保持時間は約 10 分である．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 2 mL をとり，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たミノサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たミノサイクリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉 4.3 ～ 8.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びミノサイクリン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ミノサイクリン塩酸塩（$C_{23}H_{27}N_3O_7$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（7 → 250）/*N*,*N*−ジメチルホルムアミド/0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液（11：5：4）をテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を用いて pH を 6.2 に調整する．

流量：ミノサイクリンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ミノサイクリン塩酸塩標準品 0.05 g をとり，水に溶かし 25 mL とする．この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱したのち，水を加えて 25 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，エピミノサイクリン，ミノサイクリンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

試験の再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ミョウバン水
Alum Solution

本品は定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム水和物〔$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：474.39〕0.27 ～ 0.33 w/v% を含む．

製　法

硫酸アルミニウムカリウム水和物	3 g
ハッカ水	50 mL
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性　状　本品は無色澄明の液で，ハッカ油のにおいがあり，味は渋い．

確認試験

（1） 本品 5 mL に塩化アンモニウム試液 3 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，更にアリザリンレッド S 試液 5 滴を追加するとき，沈殿は赤色に変わる（硫酸アルミニウム）．

（2） 本品 100 mL を蒸発皿にとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 5 mL に溶かした液はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

定 量 法　本品 50 mL を正確に量り，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

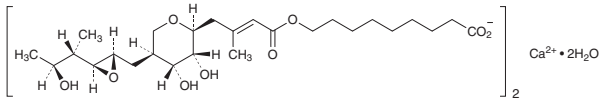
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
$= 9.488$ mg $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

ムピロシンカルシウム水和物

Mupirocin Calcium Hydrate

ムピロシンカルシウム　水和物



$C_{52}H_{86}CaO_{18}$・$2H_2O$：1075.34

Monocalcium bis[9-((2*E*)-4-{(2*S*,3*R*,4*R*,5*S*)-5-[(2*S*,3*S*,4*S*,5*S*)-2,3-epoxy-5-hydroxy-4-methylhexyl]-3,4-dihydroxy-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl}-3-methylbut-2-enoyloxy)nonanoate] dihydrate　[*115074-43-6*]

本品は，*Pseudomonas fluorescens* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 895 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ムピロシン（$C_{26}H_{44}O_9$：500.62）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末で，味は苦い．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 200）1 mL に，過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び *N*，*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に 20 分間放置する．冷後，過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は暗紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 219 ～ 224 nm に吸収の極大を示す．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により測定するとき，波数 1708 cm^{-1}，1648 cm^{-1}，1558 cm^{-1}，1231 cm^{-1}，1151 cm^{-1} 及び 894 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（3 → 1000）は，カルシウム塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16 ～ －20°（脱水物に換算したもの 1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　類縁物質　本品約 50 mg を量り，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1∶1）に溶かして 10 mL とし，試料溶液（1）とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1∶1）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液（2）とする．調製した試料溶液は 4 ～ 8 ℃に保存する．試料溶液（1）及び試料溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液（1）及び試料溶液（2）の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，ムピロシンに対する相対保持時間約 0.7 のピークの量（主類縁物質の量）を次式により求めるとき，4.0 % 以下であり，溶媒ピーク及びムピロシンのピーク以外のピークの合計量（類縁物質の合計量）を次式により求めるとき，6.0 % 以下である．

主類縁物質の量（%）

$$= \frac{A_i}{A + A_m} \times 100 \times \frac{P \times 100}{100 - \dfrac{A \times 100}{A + A_m}}$$

類縁物質の合計量（%）

$$= \frac{A}{A + A_m} \times 100 \times \frac{P \times 100}{100 - \dfrac{A \times 100}{A + A_m}}$$

A：試料溶液（1）から得た溶媒ピーク及びムピロシンのピーク以外のピークの合計面積

A_i：試料溶液（1）から得たムピロシンに対する相対保持時間約 0.7 のピーク面積

A_m：試料溶液（2）から得たムピロシンのピーク面積を 50 倍した値

P：定量法で求めた本品 1 mg 当たりの力価［mg(力価)］

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，ムピロシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液（2）1 mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1∶1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たムピロシンのピーク面積が，試料溶液（2）から得たピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの再現性：試料溶液（2）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2）　工程由来の無機塩類　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法　本品及びムピロシンリチウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1∶1）に溶かして正確に 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．調製した試料溶液及び標準溶液は 4 ～ 8 ℃に保存する．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のムピロシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ムピロシン（$C_{26}H_{44}O_9$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ムピロシンリチウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 7.71 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（100）を用いて pH 5.7 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にテトラヒドロフラン 100 mL を加える．

流量：ムピロシンの保持時間が約 12.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ムピロシンリチウム標準品約 20 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル約 5 mg をとり，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1：1）に溶かして 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ムピロシン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

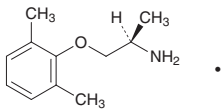
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

メキシレチン塩酸塩

Mexiletine Hydrochloride

塩酸メキシレチン



• HCl

及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$：215.72

(1*RS*)−2−(2, 6−Dimethylphenoxy)−1−methylethylamine monohydrochloride ［*5370−01−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メキシレチン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメキシレチン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメキシレチン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をエタノール（95）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 5.8 である．

融　点〈*2.60*〉　200 ～ 204 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たメキシレチンのピーク以外のピークのそれぞれのピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は，定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たメキシレチンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：メキシレチンの保持時間の約 3 倍の範囲，ただし，溶媒のピークは除く．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びメキシレチン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメキシレチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メキシレチン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：メキシレチン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸フェネチルアミンの移動相溶液（3 → 5000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に約 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g 及びリン酸二

水素ナトリウム二水和物 3 g を水 600 mL に溶かし，アセトニトリル 420 mL を加える．

流量：メキシレチンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，メキシレチンの順に溶出し，その分離度が 9 以上のものを用いる．

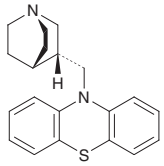
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メキタジン

Mequitazine



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{22}N_2S$：322.47

10-[(3*RS*)-1-Azabicyclo[2.2.2]oct-3-ylmethyl]-10*H*-phenothiazine ［*29216-28-2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メキタジン（$C_{20}H_{22}N_2S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに，同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　146 ～ 150 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/ジエチルアミン混液（7：2：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 3 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.25 mg $C_{20}H_{22}N_2S$

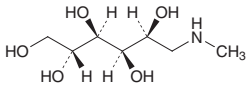
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メグルミン

Meglumine



$C_7H_{17}NO_5$：195.21

1-Deoxy-1-methylamino-D-glucitol ［*6284-40-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メグルミン（$C_7H_{17}NO_5$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 11.0 ～ 12.0 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10）1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL にメチルレッド試液 1 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸試液で中和した後，希水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及びホウ酸 0.5 g を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（3）　本品 0.5 g を薄めた塩酸（1 → 3）1 mL に溶かし，エタノール（99.5）10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．次に容器の内壁をガラス棒でこすりながら氷冷して更に沈殿を析出させ，ガラスろ過器（G3）を用いて吸引ろ過し，エタノール（99.5）少量で洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 149 ～ 152 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−16.0 ～ −17.0°（乾燥後，1 g，水，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　128 ～ 131 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.009 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし，希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（6） 還元性物質 本品の水溶液（1 → 20）5 mL にフェーリング試液 5 mL を加え，2 分間煮沸するとき，赤褐色の沈殿を生じない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 滴）．

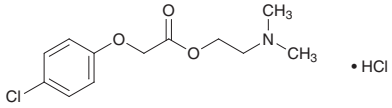
0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 19.52 mg $C_7H_{17}NO_5$

貯法 容器 気密容器．

メクロフェノキサート塩酸塩

Meclofenoxate Hydrochloride

塩酸メクロフェノキサート



$C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl：294.17

2-(Dimethylamino)ethyl (4-chlorophenoxy)acetate monohydrochloride ［*3685-84-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メクロフェノキサート塩酸塩（$C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

確認試験

（1） 本品 0.01 g にエタノール（95）2 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，塩酸ヒドロキシアンモニウムの飽和エタノール（95）溶液 2 滴及び水酸化カリウムの飽和エタノール（95）溶液 2 滴を加え，水浴中で 2 分間加熱する．冷後，希塩酸を加えて弱酸性とし，塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は赤紫色～暗紫色を呈する．

（2） 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 2 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融点〈2.60〉 139 ～ 143 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 有機酸 本品 2.0 g をとり，ジエチルエーテル 50 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，残留物はジエチルエーテル 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に中和エタノール 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき，その消費量は 0.54 mL 以下である．

水分〈2.48〉 0.50 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

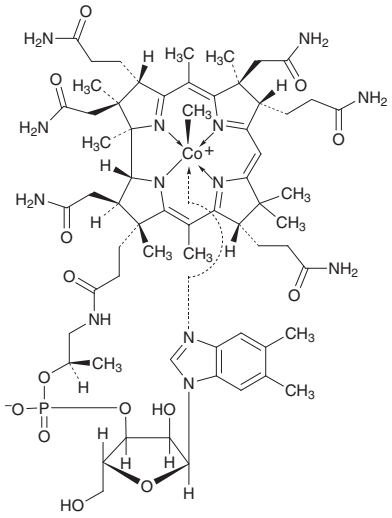
定量法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸（100）溶液（1 → 100）3 滴）．ただし，滴定の終点は液の青緑色が黄緑色を経て微帯緑黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.42 mg $C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl

貯法 容器 気密容器．

メコバラミン

Mecobalamin



$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$：1344.38

Coα−[*α*−(5,6−Dimethylbenz−1*H*−imidazolyl)]−*Coβ*−methylcobamide

[*13422−55−4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メコバラミン（$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は暗赤色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はメコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はメコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 3 mL を加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム 0.5 g，希酢酸 0.5 mL 及び 1−ニトロソ−2−ナフトール−3,6−ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 → 500）0.5 mL を加えるとき，液は直ちに赤色〜だいだい赤色を呈し，塩酸 0.5 mL を追加し，1 分間煮沸しても液の赤色は消えない．

純度試験

（1）　溶状　本品 20 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　定量法で得られた試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，メコバラミン以外の各々のピーク面積はメコバラミンのピーク面積の 0.5 % 以下であり，その合計面積は 2.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メコバラミンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たメコバラミンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たメコバラミンのピーク面積の 7 〜 13 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　12 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びメコバラミン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のメコバラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

メコバラミン（$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したメコバラミン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：266 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル 200 mL に pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 800 mL を加え，更に 1−ヘキサンスルホン酸ナトリウム 3.76 g を加えて溶かす．

流量：メコバラミンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シアノコバラミン及び酢酸ヒドロキソコバラミン 5 mg ずつを移動相に溶かし，100 mL

とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シアノコバラミン，ヒドロキソコバラミンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．また，標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メコバラミンのピークの理論段数は 6000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

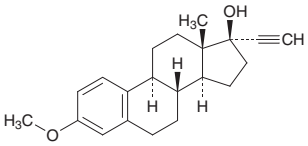
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メストラノール

Mestranol



$C_{21}H_{26}O_2$：310.43

3-Methoxy-19-nor-17α-pregna-1,3,5(10)-trien-20-yn-17-ol［*72-33-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メストラノール（$C_{21}H_{26}O_2$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg を硫酸/エタノール（99.5）混液（2：1）1 mL に溶かすとき，液は赤紫色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメストラノール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメストラノール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+2 ～ +8°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　148 ～ 154 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次 にクロロホルム/エタノール(99.5)混 液（29：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 5）を均等に噴霧した後，105 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びメストラノール標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 279 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{メストラノール（}C_{21}H_{26}O_2\text{）の量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S：メストラノール標準品の秤取量（mg）

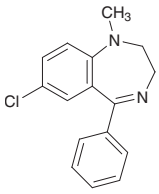
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メダゼパム

Medazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2$：270.76

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-1,4-benzodiazepine ［*2898-12-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メダゼパム（$C_{16}H_{15}ClN_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品は 0.01 g をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶か

すとき，液は濃だいだい色を呈し，水浴中で 3 分間加熱するとき，暗赤色に変わる．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉 101 ～ 104 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色～黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.5 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし，水 46 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取してジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸を加えて中和し，更に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン/アンモニア水（28）混液（60：40：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.08 mg $C_{16}H_{15}ClN_2$

貯　法

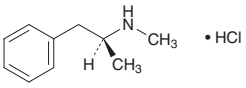
保存条件 遮光して保存する．

容　　器 気密容器．

メタンフェタミン塩酸塩

Methamphetamine Hydrochloride

塩酸メタンフェタミン



$C_{10}H_{15}N \cdot HCl$：185.69

(2*S*)-*N*-Methyl-1-phenylpropan-2-amine monohydrochloride ［*51-57-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メタンフェタミン塩酸塩（$C_{10}H_{15}N \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 0.5 mL を加えるとき，だいだい黄色の結晶性の沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 0.5 mL を加えるとき，黄色の結晶性の沈殿を生じる．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+16 ～ +19°（乾燥後，0.2 g，水，10 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 171 ～ 175 ℃

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 2.0 g を新たに煮沸して冷却した水 40 mL に溶かし，メチルレッド試液 2 滴を加え，試料溶液とする．

（ⅰ） 試料溶液 20 mL に 0.01 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（ⅱ） 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 硫酸塩 本品 0.05 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は変化しない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.57 mg $C_{10}H_{15}N \cdot HCl$

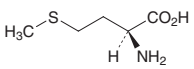
貯　法

保存条件 遮光して保存する．

容　　器　気密容器.

L-メチオニン

L-Methionine



$C_5H_{11}NO_2S$：149.21

(2*S*)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid

[*63-68-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-メチオニン（$C_5H_{11}NO_2S$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋光度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+21.0 ～ +25.0°（乾燥後，0.5 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）.

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.2 である.

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 40 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 40 mL とする．ただし，検液及び比較液には硝酸銀試液 10 mL ずつを加える（0.021 % 以下）.

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）.

（4）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）.

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を 100 mL の分解フラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）.

（7）　類縁物質　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）.

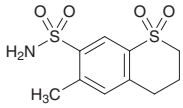
定量法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.92 mg $C_5H_{11}NO_2S$

貯　法　容　　器　気密容器.

メチクラン

Meticrane



$C_{10}H_{13}NO_4S_2$：275.34

6-Methylthiochromane-7-sulfonamide 1,1-dioxide

[*1084-65-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチクラン（$C_{10}H_{13}NO_4S_2$）98.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトニトリル又はメタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約 234 ℃（分解）.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.10 g をとり，試験を行

う．比較液にはアンモニウム標準液 3.0 mL を用いる（0.03 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）類縁物質 本品 0.05 g をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチクラン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチクランのピーク面積より大きくない．

試験条件 1

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（17：3）

流量：メチクランの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性 1

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメチクランのピーク面積が，標準溶液のメチクランのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びカフェイン 0.01 g ずつをアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL につき，試験条件 1 で操作するとき，カフェイン，メチクランの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，試験条件 1 で試験を 6 回繰り返すとき，メチクランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

試験条件 2

検出器，カラム及びカラム温度は試験条件 1 を準用する．

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：メチクランの保持時間が約 2 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性 2

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメチクランのピーク面積が，標準溶液のメチクランのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸メチル 0.02 g ずつをアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL につき，試験条件 2 で操作するとき，メチクラン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，試験条件 2 で試験を 6 回繰り返すとき，メチクランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

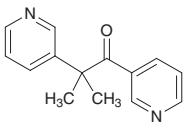
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，水 5 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 27.54 mg $C_{10}H_{13}NO_4S_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

メチラポン

Metyrapone



$C_{14}H_{14}N_2O$：226.27

2-Methyl-1,2-di(pyridin-3-yl)propan-1-one ［*54-36-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチラポン（$C_{14}H_{14}N_2O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はメタノール，エタノール（95），無水酢酸，クロロホルム，ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は 0.5 mol/L 硫酸試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品の 0.5 mol/L 硫酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 50 ～ 54 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g をメタノール 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(10 ppm 以下).

(3) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液 (15：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を温風で約 15 分間乾燥する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (1 g，減圧，シリカゲル，24 時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ニトロベンゼン 10 mL 及び無水酢酸 40 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.31 mg $C_{14}H_{14}N_2O$

貯 法

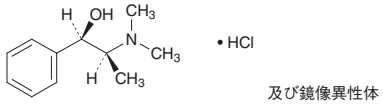
保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

dl−メチルエフェドリン塩酸塩

dl−Methylephedrine Hydrochloride

dl−塩酸メチルエフェドリン



及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$：215.72

(1*RS*,2*SR*)−2−Dimethylamino−1−phenylpropan−1−ol monohydrochloride [*18760−80−0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*−メチルエフェドリン塩酸塩 ($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$) 99.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール (99.5) にやや溶けにくく，酢酸 (100) に溶けにくく，無水酢酸にほとんど溶けない.

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない.

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2000) につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である.

融 点〈*2.60*〉 207 ～ 211 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

(2) 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(3) 類縁物質 本品 50 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチルエフェドリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：257 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 3 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．この液 900 mL にアセトニトリル 200 mL を加える.

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチルエフェドリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たメチルエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する.

システムの性能：本品 50 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 0.4 mg を水 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルエフェドリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である.

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メチルエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7：3) 80 mL に溶かし，0.1 mol/L

過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.57 mg $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

dl−メチルエフェドリン塩酸塩散 10%

10% *dl*−Methylephedrine Hydrochloride Powder

dl−塩酸メチルエフェドリン散

dl−塩酸メチルエフェドリン散 10%

本品は定量するとき，*dl*−メチルエフェドリン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$：215.72）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製　法

dl−メチルエフェドリン塩酸塩	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 0.5 g に水 100 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜた後，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 250 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 264 nm に吸収の極大を示す．

定量法　本品約 0.5 g を精密に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水 25 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，必要ならば孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用 *dl*−塩酸メチルエフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水を加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

dl−メチルエフェドリン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用 *dl*−塩酸メチルエフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：257 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 3 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．この液 900 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルエフェドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

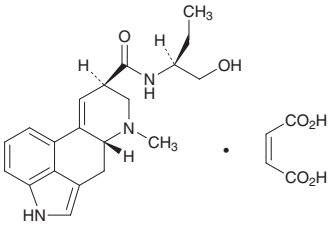
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩

Methylergometrine Maleate

マレイン酸メチルエルゴメトリン



$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：455.50

(8*S*)−*N*−[(1*S*)−1−(Hydroxymethyl)propyl]−6−methyl−9,10−didehydroergoline−8−carboxamide monomaleate

［*7054−07−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 200）は青色の蛍光を発する．

（2）　定量法で得た呈色液は深青色を呈し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 500）5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋44 ～ ＋50°（乾燥後，0.1 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器

を用いて行う．本品 8 mg をエタノール (95)/アンモニア水 (28) 混液 (9：1) 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール (95)/アンモニア水 (28) 混液 (9：1) を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，直ちに薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットし，直ちにクロロホルム/メタノール/水混液 (75：25：3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下 (0.2 g，減圧，酸化リン (V)，4 時間)．

定 量 法 本品及びメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，水に溶かし，正確に 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (Ⅲ) 試液 4 mL を正確に加え，45 ℃ で 10 分間加温した後，室温で 20 分間放置する．これらの液につき，水 2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 545 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠

Methylergometrine Maleate Tablets
マレイン酸メチルエルゴメトリン錠

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応するメチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：455.50) を含む．

製 法 本品は「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
(1) 定量法で得た試料溶液は青色の蛍光を発する．
(2) 定量法で得た呈色液は深青色を呈し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 543 ～ 547 nm 及び 620 ～ 630 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり，水 10 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜ，崩壊させた後，塩化ナトリウム 3 g 及びアンモニア水 (28) 2 mL を加える．次にクロロホルム 25 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，5 分間遠心分離して水層を除く．クロロホルム抽出液を分取し，1 mL 中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$) 約 5 μg を含む液となるようにクロロホルムを加えて正確に V mL とし，試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター (減圧，酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し，その約 1.25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，褐色の共栓遠心沈殿管に入れ，塩化ナトリウム 3 g 及びアンモニア水 (28) 2 mL を加える．次にクロロホルム 25 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，5 分間遠心分離して水層を除き，クロロホルム抽出液を分取し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓遠心沈殿管に入れ，直ちに希 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (Ⅲ) 試液 10 mL を正確に加え，5 分間激しく振り混ぜる．この液を 5 分間遠心分離した後，水層を分取し，1 時間放置する．これらの液につき，希 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (Ⅲ) 試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 545 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 250)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ($C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$) 約 0.13 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター (減圧，酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，直ちに蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起光波長 338 nm，蛍光波長 427 nm における蛍光の強さ F_T 及び F_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (F_T / F_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 20)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のメチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$）約 0.3 mg に対応する量を精密に量り，褐色の分液漏斗に入れ，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 20）15 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 4 回抽出する．抽出液は別の乾燥した褐色の分液漏斗に，あらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いて順次ろ過し，全ろ液を合わせ試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，褐色の分液漏斗に入れ，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液の全量に，希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 25 mL ずつを正確に加え，5 分間激しく振り混ぜ，30 分間放置する．水層を分取し，遠心分離した後 1 時間放置する．これらの液につき，希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 545 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2$・$C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (3 / 100)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

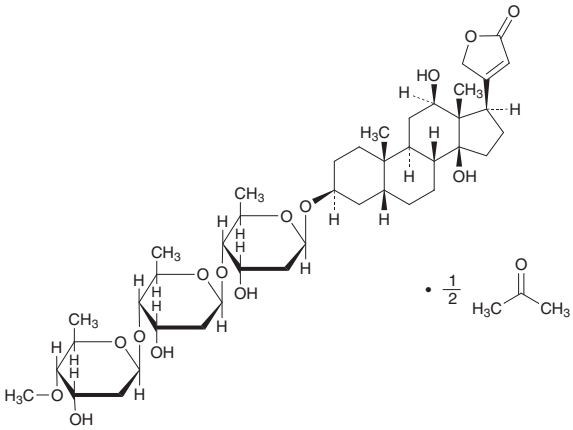
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

メチルジゴキシン

Metildigoxin



$C_{42}H_{66}O_{14}$・$\frac{1}{2}C_3H_6O$：824.00

3β-[2,6-Dideoxy-4-*O*-methyl-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β-card-20(22)-enolide—acetone (2/1)

[*30685-43-9*，アセトン和していないもの]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルジゴキシン（$C_{42}H_{66}O_{14}$・$\frac{1}{2}C_3H_6O$）96.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド，ピリジン又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg を酢酸（100）2 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えてよく振り混ぜた後，硫酸 2 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面は褐色を呈する．また，酢酸層は徐々に濃青色を呈する．

（2）　本品 2 mg を 1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL に溶かし，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール（95）溶液（1 → 200）2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は徐々に紫色を呈し，次に青紫色となる．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びメチルジゴキシン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_{546.1}^{20}$：＋22.0 ～ ＋25.5°（脱水物に換算したもの 1 g，ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） ヒ素〈1.11〉 本品 0.5 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（4 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.010 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノン/クロロホルム混液（3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

アセトン 本品約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし，更に *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド約 10 mL を入れた 50 mL のメスフラスコを用い，アセトン約 0.4 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，アセトンの量は 2.0 ～ 5.0 % である．

$$\text{アセトンの量（\%）} = (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S)$$

W_S：アセトンの秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 *t*-ブチルアルコールの *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 2000）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 2 mm，長さ 1 ～ 2 m のガラス管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：170 ～ 230 ℃ の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：アセトンの保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，*t*-ブチルアルコールの順に流出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

水 分 〈2.48〉 3.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品及びメチルジゴキシン標準品約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに 2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，20±0.5 ℃ に 20 分間放置する．これらの液につき，2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 495 nm における吸光度を 5 分ごとに測定し，それぞれの最大値 A_T 及び A_S を求める．

$$\text{メチルジゴキシン（}C_{42}H_{66}O_{14}\cdot\frac{1}{2}C_3H_6O\text{）の量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S：脱水物に換算したメチルジゴキシン標準品の秤取量（mg）

貯法 容器 気密容器．

メチルセルロース

Methylcellulose
Cellulose, methyl ether
［*9004-65-5*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのメチルエーテルである．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メトキシ基（-OCH_3：31.03）26.0 ～ 33.0 % を含む．

本品はその粘度をミリパスカル秒（mPa･s）の単位で表示する．

◆**性 状** 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である．

本品はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．◆

確認試験

（1） 本品 1.0 g をビーカーに入れた水 100 mL の表面に，必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら，均一に分散し，放置するとき，水面上で凝集する．

（2） 本品 1.0 g を熱湯 100 mL に加え，かき混ぜるとき，懸濁液となる．この懸濁液を 5 ℃ に冷却し，かき混ぜるとき，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．

（3） （2）の試験終了後の溶液 0.1 mL に薄めた硫酸（9 → 10）9 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で正確に 3 分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え，振り混ぜて 25 ℃ で放置するとき，液は紅色を呈し，更に 100 分間放置後も紫色に変化しない．

（4） （2）の試験終了後の溶液 2 ～ 3 mL をスライドガラス上に薄く塗り，水を蒸発させるとき，透明なフィルム膜

を形成する．

（5） 水 50 mL を正確に量り，（2）の試験終了後の溶液 50 mL を正確に加え，かき混ぜながら 1 分間に 2 ～ 5℃ 上昇するように加温する．液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき，50℃ 以上である．

粘 度 〈2.53〉

第 1 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 未満のものに適用する．本品の換算した乾燥物 4.000 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 200.0 g とし，容器にふたをした後，かき混ぜ機を用いて均一な分散液となるまで毎分 350 ～ 450 回転で 10 ～ 20 分間かき混ぜる．必要ならば容器の器壁に付着した試料をかき取り，分散液に加えた後，5℃ 以下の水浴中で 20 ～ 40 分間かき混ぜながら溶解する．必要ならば冷水を加えて 200.0 g とし，溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き，試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1℃ で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき，表示粘度の 80 ～ 120 % である．

第 2 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 以上のものに適用する．本品の換算した乾燥物 10.00 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 500.0 g とし，以下第 1 法と同様に操作して試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1℃ で粘度測定法第 2 法の単一円筒形回転粘度計により，次の条件で試験を行うとき，表示粘度の 75 ～ 140 % である．

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計 LV モデル

円筒番号，回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う．

表示粘度 (mPa･s)		円筒番号	回転数 /分	換算乗数
600 以上	1400 未満	3	60	20
1400 以上	3500 未満	3	12	100
3500 以上	9500 未満	4	60	100
9500 以上	99500 未満	4	6	1000
99500 以上		4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ，2 分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り，2 分間停止する．同様の操作を 2 回繰り返し，3 回の測定値を平均する．

pH 〈2.54〉 粘度試験の試料溶液を 20±2℃ とし，5 分間放置した液の pH は 5.0 ～ 8.0 である．

純度試験 重金属 本品 1.0 g を 100 mL のケルダールフラスコにとり，硝酸/硫酸混液（5：4）を試料が十分に潤うまで加えて穏やかに加熱する．この操作を硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を使用するまで繰り返す．液が黒色に変化するまで穏やかに煮沸する．冷後，硝酸 2 mL を加え，液が黒色に変化するまで再び加熱する．この操作を繰り返し，液が黒色に変化しなくなった後，濃い白煙を生じるまで強く加熱する．冷後，水 5 mL を加え，濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し，更に液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 5 mL を加えたとき，液がなお黄色を呈するときは，過酸化水素（30）1 mL を加え，液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 2 ～ 3 mL を加えて希釈した液をネスラー管に入れ，水を加えて 25 mL とし，検液とする．別に鉛標準液 2.0 mL を 100 mL のケルダールフラスコに入れ，硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を加え，更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え，濃い白煙を生じるまで加熱する．冷後，水 10 mL を加え，検液の調製に過酸化水素（30）を用いた場合には，その同量を加え，以下検液の調製と同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にアンモニア水（28）を加え，液の pH を 3.0 ～ 4.0 に調整し，水を加えて 40 mL とする．更にそれぞれチオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 1.2 mL，pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，5 分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方から観察して液の色を比較する．検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（20 ppm 以下）．

乾燥減量 〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，105℃，1 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（ⅰ） 装置 分解瓶：5 mL の耐圧セラムバイアルで，外径 20 mm，高さ 50 mm，首部の外径 20 mm 及び内径 13 mm，セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で，アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの．又は同等の構造を持つもの．

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので，分解瓶に適合するもの．加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか，又は振とう器に取り付けられて，毎分約 100 回の往復振とうができるもの．

（ⅱ） 操作法 本品約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，直ちに密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶の内容物の温度が 130±2℃ になるようにブロックを加熱しながら，加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて 60 分間かき混ぜる．マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には，加熱時間の初めの 30 分間，5 分ごとに手で振り混ぜる．冷後，その質量を精密に量り，減量が内容物質量の 0.50 % 以下又は内容物の漏れがないとき，混合物の上層を試料溶液とする．別にアジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，直ちに密栓し，その質量を精密に量り，マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン 45 μL を加え，その質量を精密に量る．分解瓶を振り混ぜた後，内容物の上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 ～ 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨードメタンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メトキシ基（CH_3O）の量（%）

$= (Q_T / Q_S) \times (W_S / W) \times 21.86$

W_S：定量用ヨードメタンの秤取量（mg）

W：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）

内標準溶液 *n*-オクタンの *o*-キシレン溶液（3 → 100）

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 ～ 4 mm，長さ 1.8 ～ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 ～ 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素．

流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．

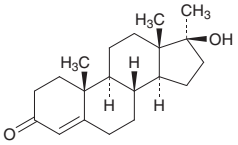
システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 ～ 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨードメタン，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークは完全に分離する．

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器.◆

メチルテストステロン

Methyltestosterone



$C_{20}H_{30}O_2$：302.45

17β-Hydroxy-17α-methylandrost-4-en-3-one ［*58-18-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルテストステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルテストステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+79 ～ +85°（乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　163 ～ 168 ℃

純度試験　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），10 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びメチルテストステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 10 時間乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：メチルテストステロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（11：9）

流量：メチルテストステロンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準溶液，メチルテストステロンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メチルテストステロン錠
Methyltestosterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応するメチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$：302.45）を含む．

製　法　本品は「メチルテストステロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「メチルテストステロン」10 mg に対応する量をとり，アセトン 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品 10 mg をアセトン 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて崩壊させ，メタノール 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，1 mL 中にメチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）約 10 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 10 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水 5 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 10)$

W_S：メチルテストステロン標準品の秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）約 25 mg に対応する量を精密に量り，メタノール約 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 10 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (5 / 4)$

W_S：メチルテストステロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（11：9）

流量：メチルテストステロンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

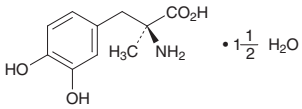
システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，メチルテストステロンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　密閉容器．

メチルドパ水和物
Methyldopa Hydrate
メチルドパ



$C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：238.24
(2*S*)−2−Amino−3−(3, 4−dihydroxyphenyl)−2−methylpropanoic acid sesquihydrate ［*41372−08−1*］

本品を定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$：211.21）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.01 g にニンヒドリン試液 3 滴を加え，水浴中で 3 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 25000）につ

き，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−25 ～ −28°（脱水物に換算したもの 1 g，塩化アルミニウム（Ⅲ）試液，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて振り混ぜ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かす．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 3-*O*-メチルメチルドパ 本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，薄層クロマトグラフィー用 3-*O*-メチルメチルドパ 5 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（13：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，薄層板を風乾する．更に，これに炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 4）を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 10.0 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 ～ 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.12 mg $C_{10}H_{13}NO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

メチルドパ錠
Methyldopa Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するメチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$：211.21）を含む．

製法 本品は「メチルドパ水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「メチルドパ水和物」0.1 g に対応する量をとり，水 10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴中で 5 分間加熱する．冷後，毎分 2000 回転で 5 分間遠心分離し，上澄液 1 滴をろ紙に付け，温風で乾燥した後，これにニンヒドリン試液 1 滴を重ねて付け，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，紫色を呈する．

（2） （1）の上澄液 0.5 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液 2 mL，酒石酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及びアンモニア試液 4 滴を加えて振り混ぜるとき，液は暗紫色を呈する．

（3） （1）の上澄液 0.7 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とする．この液 10 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）約 25 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用メチルドパ（別途 125 ℃，2 時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 56 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$$

W_S：乾燥物に換算した定量用メチルドパの秤取量（mg）

C：1 錠中のメチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 50 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜ，更に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にメチルドパ標準品（別途 125 ℃，2 時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 0.11 g を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに酒石酸鉄（Ⅱ）試液 5 mL を正確に加え，更に pH 8.5 のアンモ

ニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．これらの液につき，0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

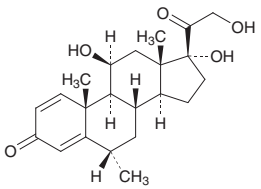
メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したメチルドパ標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

メチルプレドニゾロン

Methylprednisolone



$C_{22}H_{30}O_5$：374.47

11β,17,21-Trihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione ［*83-43-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルプレドニゾロン（$C_{22}H_{30}O_5$）96.0 ～ 104.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：232 ～ 240 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，濃赤色を呈し，この液は蛍光を発しない．この液に水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：+79 ～ +86°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 50 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（385：75：40：6）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 105 ℃ で 10 分間加熱し，冷後，アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（0.2 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 243 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

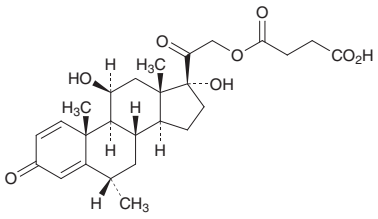
メチルプレドニゾロン（$C_{22}H_{30}O_5$）の量（mg）
= (A / 400) × 10000

貯　法　容　　器　気密容器．

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル

Methylprednisolone Succinate

コハク酸メチルプレドニゾロン



$C_{26}H_{34}O_8$：474.54

11β,17,21-Trihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(hydrogen succinate) ［*2921-57-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{26}H_{34}O_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 235 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品をそれぞれエタ

ノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物を乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{25}$：+99 ～ +103°（乾燥後，0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 15 mg をメタノール 5 mL に溶かし，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メチルプレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積が，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品及びメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 15 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 5 mL に溶かし，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{26}H_{34}O_8$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：メチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）溶液（3 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 1000 mL に 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加えて pH 5.5 に調整する．この液 640 mL にアセトニトリル 360 mL を加える．

流量：メチルプレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

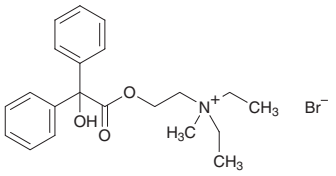
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

メチルベナクチジウム臭化物

Methylbenactyzium Bromide

臭化メチルベナクチジウム



$C_{21}H_{28}BrNO_3$：422.36

N,*N*-Diethyl-2-[(hydroxyl)(diphenyl)acetoxy]-*N*-methylethylaminium bromide ［*3166-62-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルベナクチジウム臭化物（$C_{21}H_{28}BrNO_3$）99.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール

(95) にやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）0.5 mL に pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 5 mL，ブロモチモールブルー試液 2 ～ 3 滴及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2） 本品約 1 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，5 分間放置した後，希塩酸 5 mL を加え，沈殿をろ取し，水でよく洗い，水/エタノール (95) 混液 (10：3) から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点 〈*2.60*〉 は 145 ～ 150 ℃ であり，更に約 200 ℃ まで加熱を続けるとき，赤色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

融　点 〈*2.60*〉 168 ～ 172 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩 〈*1.14*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)．

（3） 重金属 〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (2 g，105 ℃，2 時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g)．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (4：1) 80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈*2.50*〉 する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.24 mg $C_{21}H_{28}BrNO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

メチルロザニリン塩化物

Methylrosanilinium Chloride

塩化メチルロザニリン

クリスタルバイオレット

$C_{25}H_{30}ClN_3$：407.98

本品はヘキサメチルパラロザニリン塩化物で，通例，ペンタメチルパラロザニリン塩化物及びテトラメチルパラロザニリン塩化物を含む．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メチルロザニリン塩化物〔ヘキサメチルパラロザニリン塩化物 ($C_{25}H_{30}ClN_3$) として〕 96.0 % 以上を含む．

性　状 本品は緑色の金属光沢のある砕片又は暗緑色の粉末で，においはないか，又はわずかににおいがある．

本品はエタノール (95) にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 mg を硫酸 1 mL に加えるとき，だいだい色～赤褐色を呈して溶ける．この液に水を滴加するとき，液は褐色から緑色を経て青色に変わる．

（2） 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 5 滴を加え，試料溶液とする．試料溶液 5 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，深青色の沈殿を生じる．

（3） （2）の試料溶液 5 mL に亜鉛粉末 0.5 g を加えて振り混ぜるとき，液の色は消える．この液 1 滴をろ紙上に滴下し，そのすぐ横にアンモニア試液 1 滴を滴下するとき，両液の接触部は青色を呈する．

純度試験

（1） エタノール不溶物 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，エタノール (95) 50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴中で 15 分間加熱した後，沈殿を質量既知のガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し，洗液が紫色を呈しなくなるまで温エタノール (95) で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 % 以下である．

（2） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)．

（3） 亜鉛 本品 0.10 g に硫酸 0.1 mL を加え，強熱して灰化し，冷後，希塩酸 5 mL，希硝酸 0.5 mL 及び水 4 mL を加えて煮沸し，アンモニア試液 5 mL を加え，更に煮沸してろ過する．ろ液に硫化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（4） ヒ素 〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う (5 ppm 以下)．

乾燥減量 〈*2.41*〉 7.5 % 以下 (1 g，105 ℃，4 時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 1.5 % 以下 (0.5 g)．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，広口三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び塩酸 10 mL を加えて溶かし，二酸化炭素を通じながら 0.1 mol/L 塩化チタン (Ⅲ) 液 50 mL を正確に加え，沸騰するまで加熱し，更にしばしば振り動かしながら 15 分間穏やかに煮沸する．続いて二酸化炭素を通じながら冷却し，過量の塩化チタン (Ⅲ) を 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 液で滴定 〈*2.50*〉 する (指示薬：チオシアン酸アンモニウム試液 5 mL)．ただし，滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする．同様の方法で空試験を行う．

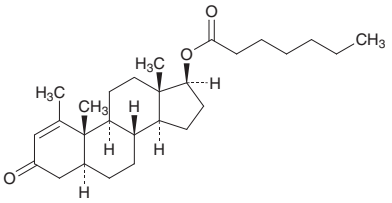
0.1 mol/L 塩化チタン(Ⅲ)液 1 mL = 20.40 mg $C_{25}H_{30}ClN_3$

貯 法 容 器 気密容器．

メテノロンエナント酸エステル

Metenolone Enanthate

エナント酸メテノロン



$C_{27}H_{42}O_3$：414.62

1-Methyl-3-oxo-5α-androst-1-en-17β-yl heptanoate

［*303-42-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95），アセトン，1,4-ジオキサン又はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，酢酸エチル，ジエチルエーテル，シクロヘキサン，石油エーテル又はトルエンに溶けやすく，ゴマ油にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg を硫酸/エタノール（95）混液（1：1）5 mL に溶かし，水浴中で 30 分間加熱するとき，液は，赤褐色を呈する．

（2）　本品 0.05 g をメタノール 3 mL に溶かし，炭酸カリウム溶液（1 → 6）0.3 mL を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸し，冷後，この液を冷水 50 mL 中に徐々に加え，15 分間かき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ取し，洗液が中性になるまで水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 156 ～ 162 ℃ である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39 ～ ＋43°（乾燥後，0.2g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　67 ～ 72 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を 1,4-ジオキサン 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

メテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）の量（mg）
$= (A / 325) \times 100000$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メテノロンエナント酸エステル注射液

Metenolone Enanthate Injection

エナント酸メテノロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するメテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$：414.62）を含む．

製　法　本品は「メテノロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は微黄色澄明の油液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステル」0.1 g に対応する容量をとり，石油エーテル 20 mL を加え，薄めた酢酸（100）（5 → 7）20 mL ずつで 3 回抽出する．抽出液を合わせ，石油エーテル 20 mL で洗った後，氷冷しながら冷水 300 mL を加え，よくかき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 6 時間乾燥したものにつき，「メテノロンエナント酸エステル」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステル」0.01 g に対応する容量をとり，クロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にメテノロンエナント酸エステル 0.01 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更に，酢酸エチル/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後．薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のメテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用エナント酸メテノロンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量

り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，イソニアジド試液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，60 分間放置する．これらの液につき，クロロホルム 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 384 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

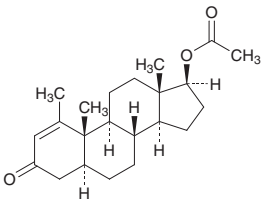
メテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用エナント酸メテノロンの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

メテノロン酢酸エステル

Metenolone Acetate
酢酸メテノロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49
1-Methyl-3-oxo-5α-androst-1-en-17β-yl acetate
［*434-05-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メテノロン酢酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトン，1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテル又はゴマ油にやや溶けにくく，ヘキサン又は石油エーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品 1 mg を硫酸/エタノール（95）混液（1：1）5 mL に溶かし，水浴中で 30 分間加熱するとき，液は赤褐色を呈する．
（2）　本品 0.01 g に希水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加え，水浴上で 1 分間加熱する．冷後，薄めた硫酸（1 → 2）0.5 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．
（3）　本品 0.05 g をメタノール 3 mL に溶かし，炭酸カリウム溶液（1 → 6）0.3 mL を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸し，冷後，この液を冷水 50 mL 中に徐々に加え，15 分間かき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL で洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 157 ～ 161 ℃ である．
（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+39 ～ +42°（乾燥後，0.2 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉　141 ～ 144 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 0.50 g を 1,4-ジオキサン 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（3）　類縁物質　本品 35 mg をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

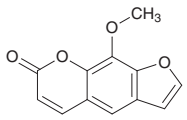
定量法　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

メテノロン酢酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）の量（mg）
$= (A / 391) \times 10000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

メトキサレン

Methoxsalen



$C_{12}H_8O_4$：216.19
9-Methoxy-7*H*-furo[3,2-*g*]chromen-7-one　［*298-81-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メトキサレン（$C_{12}H_8O_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，にお

い及び味はない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希硝酸 5 mL を加え，加熱するとき，液は黄色を呈する．この液に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）を加えてアルカリ性とするとき，液の色は赤褐色に変わる．

（2） 本品 0.01 g に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄色を呈する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトキサレン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 145 ～ 149 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ヘキサン/酢酸エチル混液（40：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 0.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びメトキサレン標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 25 mL とする．更に，これらの液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 300 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{メトキサレンの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S：脱水物に換算したメトキサレン標準品の秤取量（mg）

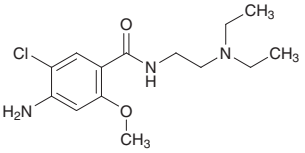
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

メトクロプラミド

Metoclopramide



$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$：299.80

4-Amino-5-chloro-*N*-[(2-diethylamino)ethyl]-2-methoxybenzamide　[*364-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95），無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品 0.01 g に希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，この液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 1 mL を加えるとき，赤だいだい色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.1 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かした後，水を加えて 100 mL とする．この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 146 ～ 149 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/アンモニア水（28）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これに

紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加えて溶かし，無水酢酸 5 mL を加え，5 分間加温する．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.98 mg $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

メトクロプラミド錠
Metoclopramide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するメトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$：299.80）を含む．

製 法 本品は「メトクロプラミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「メトクロプラミド」50 mg に対応する量をとり，0.5 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，70 ℃ の水浴中でしばしば振り混ぜながら 15 分間加温する．冷後，この液を 10 分間遠心分離し，上澄液 5 mL に 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 1 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 270 ～ 274 nm 及び 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とする．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，1 mL 中にメトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）約 12 μg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加え，正確に V mL とし，試料溶液とする．別に定量用メトクロプラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 308 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 1000)$

W_S：定量用メトクロプラミドの秤取量（mg）

溶 出 性 別に規定する．

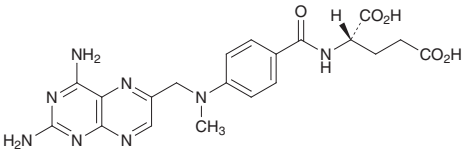
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）約 75 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 300 mL を加えて 1 時間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし，10 分間遠心分離する．上澄液 4 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用メトクロプラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 308 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用メトクロプラミドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

メトトレキサート
Methotrexate



$C_{20}H_{22}N_8O_5$：454.44
N–{4–[(2,4–Diaminopteridin–6–ylmethyl)(methyl)amino]benzoyl}–L–glutamic acid
［*59–05–2*］

本品は 4–アミノ–10–メチル葉酸及び近縁化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メトトレキサート（$C_{20}H_{22}N_8O_5$）94.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は黄褐色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けにくく，水，アセトニトリル，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液又は希炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品 1 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに

同様の強度の吸収を認める．

水　分〈2.48〉　水分測定用ピリジン 5 mL 及び水分測定用メタノール 20 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定〈2.50〉する．次に本品約 0.2 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，30 分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は 12.0 % 以下である．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びメトトレキサート標準品約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメトトレキサートのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

メトトレキサート（$C_{20}H_{22}N_8O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：302 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液/アセトニトリル混液（89：11）

流量：メトトレキサートの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び葉酸 10 mg ずつを移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，葉酸，メトトレキサートの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトトレキサートのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

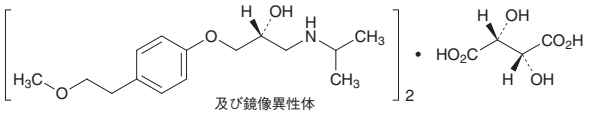
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メトプロロール酒石酸塩

Metoprolol Tartrate

酒石酸メトプロロール



$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$：684.81

(2*RS*)−1−Isopropylamino−3−[4−(2−methoxyethyl)phenoxy]propan−2−ol hemi−(2*R*,3*R*)−tartrate

[*56392−17−7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすい．

旋光度 〔α〕$_D^{20}$：+ 7.0 ～ + 10.0°（乾燥後，1 g，水，50 mL，100 mm）．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をアセトン溶液（23 → 1000）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液（1 → 5）は酒石酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水をガラス容器に入れ，酢酸エチル/メタノール混液（4：1）を展開溶媒とした展開用容器中に静置し，飽和させた後，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 3 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くな

い．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 34.24 mg $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯 法 容 器 密閉容器．

メトプロロール酒石酸塩錠

Metoprolol Tartrate Tablets
酒石酸メトプロロール錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$：684.81）を含む．

製 法 本品は「メトプロロール酒石酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「メトプロロール酒石酸塩」10 mg に対応する量をとり，エタノール（95）100 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 274 ～ 278 nm 及び 281 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い「メトプロロール酒石酸塩」10 mg 当たり水 1 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，エタノール（95）75 mL を加え，更に 15 分間振り混ぜ，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）約 0.1 mg を含む液となるようにエタノール（95）を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水 5 mL を加えて溶かし，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール（95）を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 5)$

W_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）約 22 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 56 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 8 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメトプロロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量（mg）
C：1 錠中のメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の表示量（mg）

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトプロロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）約 0.12 g に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）60 mL 及び内標準溶液 10 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）を加えて 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）60 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトプロロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのエタノール

(99.5)/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0 g を水 1000 mL に溶かし，薄めた過塩素酸（17 → 2000）を加え，pH 3.2 に調整する．この液 750 mL にアセトニトリル 250 mL を加える．

流量：メトプロロールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトプロロール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

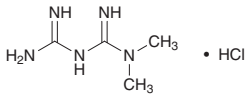
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトプロロールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

メトホルミン塩酸塩

Metformin Hydrochloride

塩酸メトホルミン



$C_4H_{11}N_5$・HCl：165.62

1,1-Dimethylbiguanide monohydrochloride

［*1115-70-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

融点：約 221 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 2.5 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．別に 1-シアノグアニジン 0.10 g を水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 4-メチル-2-ペンタノン/2-メトキシエタノール/水/酢酸（100）混液（30：20：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 105 ℃ で 10 分間乾燥する．これにペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下であり，標準溶液（3）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 4.141 mg $C_4H_{11}N_5$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

メトホルミン塩酸塩錠

Metformin Hydrochloride Tablets

塩酸メトホルミン錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するメトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl：165.62）を含む．

製　法　本品は「メトホルミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「メトホルミン塩酸塩」250 mg に対応する量をとり，2-プロパノール 25 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を 40 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3370 cm^{-1}，3160 cm^{-1}，1627 cm^{-1}，1569 cm^{-1} 及び 1419 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，水/アセトニトリル混液（3：2）70 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水/アセトニトリル混液（3：2）を加えて正確に 100 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターを用いてろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，水/アセトニトリル混液（3：2）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸メトホルミンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水/アセトニトリル混液（3：2）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，水/アセトニトリル混液（3：2）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトホルミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸メトホルミンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチル 0.3 g を水/アセトニトリル混液（3：2）100 mL に溶かす．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 0.8 g を薄めたリン酸（1 → 2500）620 mL に溶かし，アセトニトリル 380 mL を加える．

流量：メトホルミンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

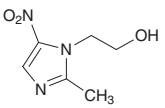
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトホルミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で，試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトホルミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　密閉容器．

メトロニダゾール

Metronidazole



$C_6H_9N_3O_3$：171.15

2-(2-Methyl-5-nitro-1*H*-imidazol-1-yl)ethanol ［*443-48-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，水に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって黄褐色になる．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 159 ～ 163 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 2-メチル-5-ニトロイミダゾール　本品 0.10 g をアセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 2-メチル-5-ニトロイミダゾール 20 mg をアセトンに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにアセトン/水/酢酸エチル混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 17.12 mg $C_6H_9N_3O_3$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

メトロニダゾール錠
Metronidazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するメトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$：171.15）を含む．

製　法　本品は「メトロニダゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 275 ～ 279 nm に吸収の極大を示す．
（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「メトロニダゾール」0.20 g に対応する量をとり，アセトン 20 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にメトロニダゾール 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにアセトン/水/酢酸エチル混液（8：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水/メタノール混液（1：1）25 mL を加え，25 分間激しく振り混ぜた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水/エタノール混液（4：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times 10$

W_S：定量用メトロニダゾールの秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）約 0.25 g に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）25 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用メトロニダゾールをシリカゲルを乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のメトロニダゾールのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

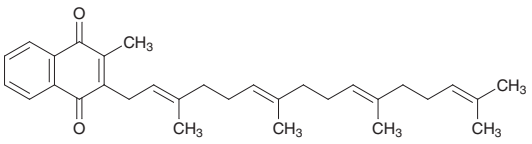
メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times 10$

W_S：定量用メトロニダゾールの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：320 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/メタノール混液（4：1）
流量：メトロニダゾールの保持時間が約 5 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトロニダゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトロニダゾールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

メナテトレノン
Menatetrenone



$C_{31}H_{40}O_2$：444.65
2-Methyl-3-[(2*E*,6*E*,10*E*)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-2,6,10,14-tetraen-1-yl]-1,4-naphthoquinone　[*863-61-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メナテトレノン（$C_{31}H_{40}O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色の結晶，結晶性の粉末，ろうようの塊又は油状である．

本品はヘキサンに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，2-プロパノールにやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって分解し，着色が強くなる．

融点：約 37 ℃

確認試験
（1）　本品 0.1 g にエタノール（99.5）5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水酸化カリウムのエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，液は青色を呈し，放置する

とき，青紫色から赤紫色を経て赤褐色に変わる．

（2） 本品につき，必要ならば加温融解した後，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメナテトレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） メナジオン 本品 0.20 g に薄めたエタノール（99.5）（1 → 2）5 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 0.5 mL に 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンのエタノール（99.5）溶液（1 → 20）1 滴及びアンモニア水（28）1 滴を加え，2 時間放置するとき，液は青紫色を呈しない．

（3） シス体 本品 0.10 g をヘキサン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/ジ-*n*-ブチルエーテル混液（17：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポットに対する相対 R_f 値 1.1 のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） その他の類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメナテトレノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメナテトレノンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメナテトレノンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たメナテトレノンのピーク面積が，標準溶液のメナテトレノンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メナテトレノンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 0.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びメナテトレノン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれを 2-プロパノール 50 mL に溶かし，更にエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 4 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメナテトレノンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メナテトレノン（$C_{31}H_{40}O_2$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したメナテトレノン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 フィトナジオンの 2-プロパノール溶液（1 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：メナテトレノンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メナテトレノン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメナテトレノンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

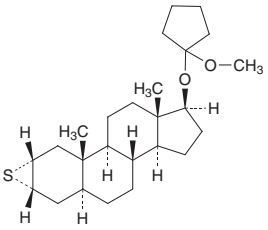
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

メピチオスタン

Mepitiostane



$C_{25}H_{40}O_2S$：404.65

2*α*,3*α*-Epithio-17*β*-(1-methoxycyclopentyloxy)-5*α*-androstane ［*21362-69-6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メピチオスタン（$C_{25}H_{40}O_2S$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はトリエチルアミン，クロロホルム，ジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶けやすく，ジエチレングリコールジメチルエーテル又は石油エーテルにやや溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は湿った空気中で加水分解する．

確認試験

（1）　本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 0.5 mL を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．これに水 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加え，よく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層はだいだい色を呈する．

（2）　本品 0.1 g をジエチレングリコールジメチルエーテル 2 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液 1.5 mL 及び薄めたエタノール（2 → 3）1.5 mL を加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，エタノール（99.5）から再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 144 ～ 149 ℃ である．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：+20 ～ +23°（0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を石油エーテル 4 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg をとり，アセトン/トリエチルアミン混液（1000：1）5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にエピチオスタノール標準品 10 mg をとり，アセトン/トリエチルアミン混液（1000：1）に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL 及び 3 mL をそれぞれ正確に量り，それぞれにアセトン/トリエチルアミン混液（1000：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，ヘキサン/アセトン混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 5）を均等に噴霧し，120 ～ 130 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち，標準溶液と同じ R_f 値のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くなく，その他の主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 0.7 % 以下（0.3 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，シクロヘキサンに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（99.5）10 mL を加え，この液に 0.01 mol/L 塩酸試液及び内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えて振り混ぜた後，エタノール（99.5）を加えて 20 mL とし，常温で 30 分間放置し，試料溶液とする．別にエピチオスタノール標準品約 45 mg を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かした後，エタノール（99.5）を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メピチオスタン（$C_{25}H_{40}O_2S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 1.3202$

W_S：脱水物に換算したエピチオスタノール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*-オクチルベンゼンのエタノール（99.5）溶液（1 → 300）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（20：3）

流量：エピチオスタノールの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

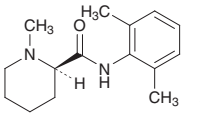
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エピチオスタノール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換し，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

メピバカイン塩酸塩

Mepivacaine Hydrochloride
塩酸メピバカイン



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$：282.81
(2*RS*)-*N*-(2,6-Dimethylphenyl)-1-methylpiperidine-2-carboxamide monohydrochloride ［*1722-62-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水又はメタノールに溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．
融点：約 256 ℃（分解）．

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.2 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．
（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（4）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.28 mg $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$

貯 法 容　器　気密容器．

メピバカイン塩酸塩注射液

Mepivacaine Hydrochloride Injection
塩酸メピバカイン注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するメピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$：282.81）を含む．

製　法　本品は「メピバカイン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．
pH：4.5 ～ 6.8

確認試験　本品の表示量に従い「メピバカイン塩酸塩」0.02 g に対応する容量をとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン抽出液 8 mL をとり，1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後，水層につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm 及び 270 ～ 273 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のメピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$）約 40 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸メピバカインを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，内標準溶液 4 mL を正確に加え，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメピバカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸メピバカインの秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 →

4000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.88 g を 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液（pH 3.0）/アセトニトリル混液（11：9）1000 mL に溶かす．

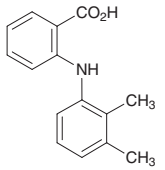
流量：メピバカインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メピバカイン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

貯　法　容　　器　密封容器．

メフェナム酸

Mefenamic Acid



$C_{15}H_{15}NO_2$：241.29

2-(2,3-Dimethylphenylamino)benzoic acid ［*61-68-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メフェナム酸（$C_{15}H_{15}NO_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い．

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 225 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え，加温して溶かし，冷後，4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液（1 → 1000）1 mL を加え，更に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.01 g を硫酸 2 mL に溶かし，加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（3）　本品 7 mg を塩酸のメタノール溶液（1 → 1000）に溶かして 500 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，酢酸（100）2 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ，生じた沈殿をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL，酢酸（100）0.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液（3：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-メチル-1-プロパノール/アンモニア水（28）混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

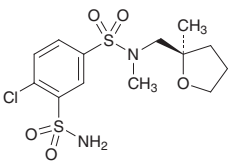
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，あらかじめ 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液でフェノールレッド試液に対し中性としたエタノール（95）100 mL を加え，穏やかに加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールレッド試液 2 ～ 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄赤色を経て赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1 mL = 24.13 mg $C_{15}H_{15}NO_2$

貯　法　容　　器　密閉容器．

メフルシド

Mefruside



及び鏡像異性体

$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$：382.88

4-Chloro-*N*-methyl-*N*-[(2*RS*)-2-methyltetrahydrofuran-2-ylmethyl]-3-sulfamoylbenzenesulfonamide ［*7195-27-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　149 ～ 152 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（5：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に水 13 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 38.29 mg $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

メフルシド錠

Mefruside Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するメフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$：382.88）を含む．

製　法　本品は「メフルシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「メフルシド」0.3 g に対応する量をとり，熱メタノール 15 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水 25 mL を加え，氷冷して 30 分間放置する．生じた白色沈殿をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 149 ～ 152 ℃ である．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「メフルシド」0.01 g に対応する量をとり，メタノール 70 mL を加え，15 分間強く振り混ぜ，メタノールを加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 274 ～ 278 nm 及び 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，定量分析用ろ紙（5 種 C）でろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用メフルシドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，層長 5 cm で波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 85 % 以上である．

メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36$

W_S：定量用メフルシドの秤取量（mg）

C：1 錠中のメフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）約 65 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 70 mL を加えて，15 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とす

る．この液をろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用メフルシドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 65 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

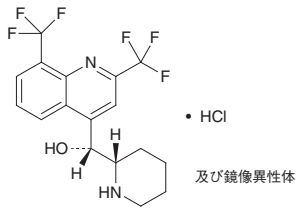
W_S：定量用メフルシドの秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

メフロキン塩酸塩

Mefloquine Hydrochloride

塩酸メフロキン



$C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl：414.77

(1*RS*)-[2,8-Bis(trifluoromethyl)quinolin-4-yl][(2*SR*)-piperidin-2-yl]methanol monohydrochloride

[*51773-92-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メフロキン塩酸塩（$C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は硫酸に溶ける．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 260 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 1 mL に溶かした液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は青色の蛍光を発する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分離し，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を石英るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g に硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱し，800 ℃ で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 3 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外の各々のピーク面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外のピークの合計面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：282 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 14）混液（24：1）

流量：メフロキンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：メフロキンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメフロキンのピーク面積が標準溶液のメフロキンのピーク面積の 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸メフロキン 10 mg 及びジプロフィリン 5 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 2 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジプロフィリン，メフロキンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メフロキンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸(100)混液（7：3）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で

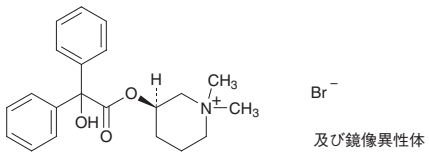
空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 41.48 mg $C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

メペンゾラート臭化物

Mepenzolate Bromide
臭化メペンゾラート



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{26}BrNO_3$：420.34
(3*RS*)−3−[(Hydroxy)(diphenyl)acetoxy]−1,1−dimethylpiperidinium bromide ［*76−90−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メペンゾラート臭化物（$C_{21}H_{26}BrNO_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.03 g に硫酸 10 滴を加えるとき，赤色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて溶かし，この液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 1 mL を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（3） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.5 g に水 50 mL 及び硝酸 3 mL を加え，加熱して溶かした液は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.40 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別にベンゾフェノン 40 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/1−ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，80 ℃ で 30 分間乾燥する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及びベンゾフェノンに対応する位置のスポット以外のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ，ベンゾフェノンに対応する位置のスポットは標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，この薄層板にドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

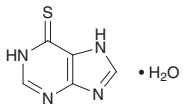
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，ギ酸 2 mL を加えて溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 42.03 mg $C_{21}H_{26}BrNO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

メルカプトプリン水和物

Mercaptopurine Hydrate
メルカプトプリン



$C_5H_4N_4S \cdot H_2O$：170.19
1,7−Dihydro−6*H*−purine−6−thione monohydrate
［*6112−76−1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メルカプトプリン（$C_5H_4N_4S$：152.18）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.6 g を水酸化ナトリウム溶液（3 → 100）6 mL に溶かし，激しくかき混ぜながらヨードメタン 0.5 mL を徐々に加え，更に 10 分間よくかき混ぜた後，氷冷し，酢酸（31）を滴加して pH を約 5 に調整する．次に析出した結晶をろ取し，水から再結晶し，120 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 218 ～ 222 ℃（分解）である．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較す

るとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g をアンモニア試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 硫酸塩　本品 0.05 g を希塩酸 10 mL に溶かし，塩化バリウム試液 5 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 50 mg をとり，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒ素標準液 5.0 mL をとり，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/ギ酸 *n*-ブチル/アンモニア水（28）混液（8：6：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

（5） リン　本品 0.20 g をるつぼにとり，薄めた硫酸（3 → 7）2 mL を加え，穏やかに加熱しながら内容物が無色になるまで硝酸 0.5 mL ずつを徐々に滴加した後，ほとんど蒸発するまで加熱する．冷後，残留物を水 10 mL に溶かし，25 mL のメスフラスコに移し，るつぼを水 4 mL ずつで 2 回洗い，洗液を合わせ，試料溶液とする．別にリン酸二水素カリウム 0.4396 g を水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2.0 mL を量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2.0 mL を 25 mL のメスフラスコにとり，水 16 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液に薄めた硫酸（3 → 7）1 mL，硝酸 0.5 mL，七モリブデン酸六アンモニウム試液 0.75 mL，1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とし，5 分間放置する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 750 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

水　分〈*2.48*〉　10.0 ～ 12.0 %（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

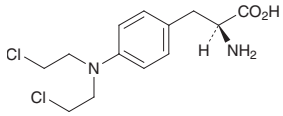
定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に水 15 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 15.22 mg $C_5H_{14}N_4S$

貯　法　容　器　密閉容器．

メルファラン

Melphalan



$C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$：305.20

4-Bis(2-chloroethyl)amino-L-phenylalanine　［*148-82-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メルファラン（$C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$）93.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

旋光度　〔α〕$_D^{20}$：約 −32°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，メタノール，100 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品 0.02 g にメタノール 50 mL を加え，加温して溶かし，4-(4-ニトロベンジル)ピリジンのアセトン溶液（1 → 20）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を温メタノール 1 mL に溶かし，アンモニア水（28）2 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，希硝酸を加えて酸性とし，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 分解産生塩化物　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めた硝酸（1 → 40）80 mL に溶かし，2 分間かき混ぜた後，電位差滴定法〈*2.50*〉により 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定するとき，その消費量は本品 0.50 g につき 1.0 mL 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

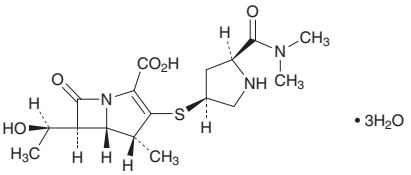
定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，水酸化カリウム溶液（1 → 5）20 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 2 時間加熱する．冷後，水 75 mL 及び硝酸 5 mL を加える．冷後，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．純度試験（1）で得られた結果を用いて補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 15.26 mg $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

メロペネム水和物

Meropenem Hydrate
メロペネム　三水和物



$C_{17}H_{25}N_3O_5S \cdot 3H_2O$：437.51
(4*R*,5*S*,6*S*)−3−[(3*S*,5*S*)−5−(Dimethylcarbamoyl)pyrrolidin−3−ylsulfanyl]−6−[(1*R*)−1−hydroxyethyl]−4−methyl−7−oxo−1−azabicyclo[3.2.0]hept−2−ene−2−carboxylic acid trihydrate
[*119478−56−7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，メロペネム（$C_{17}H_{25}N_3O_5S$：383.46）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．
本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品 0.01 g をとり，水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL を加え，5 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．
（2）　本品及びメロペネム標準品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品及びメロペネム標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−17 ～ −21°（脱水物に換算したもの 0.22 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.2 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験
（1）　溶状　別に規定する．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（3）　類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　11.4 ～ 13.4 %（0.35 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.12 EU/mg（力価）未満．

定量法　本品及びメロペネム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メロペネム（$C_{17}H_{25}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

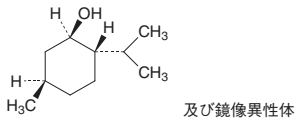
W_S：メロペネム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　ベンジルアルコールの pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液溶液（1 → 300）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 6.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液/メタノール混液（5：1）
流量：メロペネムの保持時間が約 7 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メロペネム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 20 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

dl−メントール

dl−Menthol



$C_{10}H_{20}O$：156.27
(1*RS*,2*SR*,5*RS*)−5−Methyl−2−(1−methylethyl)cyclohexanol
[*89−78−1*]

本品は定量するとき，*dl*−メントール（$C_{10}H_{20}O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる．
本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶

けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は室温で徐々に昇華する．

確認試験

（1） 本品を等量のカンフル，抱水クロラール又はチモールとすり混ぜるとき，液化する．

（2） 本品 1 g に硫酸 20 mL を加えて振り混ぜるとき，液は混濁して黄赤色を呈するが，3 時間放置するとき，メントールのにおいのない澄明な油層を分離する．

凝 固 点 〈*2.42*〉 27 ～ 28 ℃

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−2.0 ～ +2.0°（2.5 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 蒸発残留物 本品 2.0 g を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（2） チモール 本品 0.20 g をとり，酢酸（100）2 mL，硫酸 6 滴及び硝酸 2 滴の冷混液を加えるとき，液は直ちに緑色～青緑色を呈しない．

（3） ニトロメタン又はニトロエタン 本品 0.5 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 2）2 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間穏やかに沸騰させる．冷後，水を加えて正確に 20 mL とし，ろ過する．ろ液 1 mL をネスラー管にとり，水を加えて 10 mL とし，希塩酸を加えて中和し，更に希塩酸 1 mL を加え，冷後，スルファニル酸溶液（1 → 100）1 mL を加えて 2 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液（1 → 1000）1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき，液は直ちに赤紫色を呈しない．

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，無水ピリジン/無水酢酸混液（8：1）20 mL を正確に量って加え，還流冷却器を付け，水浴上で 2 時間加熱する．次に冷却器を通じて水 20 mL で洗い込み，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 156.3 mg $C_{10}H_{20}O$

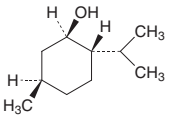
貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

l-メントール

l-Menthol



$C_{10}H_{20}O$：156.27

(1*R*,2*S*,5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexanol

[*2216-51-5*]

本品は定量するとき，*l*-メントール（$C_{10}H_{20}O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は室温で徐々に昇華する．

確認試験

（1） 本品を等量のカンフル，抱水クロラール又はチモールとすり混ぜるとき，液化する．

（2） 本品 1 g に硫酸 20 mL を加えて振り混ぜるとき，液は混濁して黄赤色を呈するが，3 時間放置するとき，メントールのにおいのない澄明な油層を分離する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−45.0 ～ −51.0°（2.5 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

融 点 〈*2.60*〉 42 ～ 44 ℃

純度試験

（1） 蒸発残留物 本品 2.0 g を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（2） チモール 本品 0.20 g をとり，酢酸（100）2 mL，硫酸 6 滴及び硝酸 2 滴の冷混液を加えるとき，液は直ちに緑色～青緑色を呈しない．

（3） ニトロメタン又はニトロエタン 本品 0.5 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 2）2 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間穏やかに沸騰させる，冷後，水を加えて正確に 20 mL とし，ろ過する．ろ液 1 mL をネスラー管にとり，水を加えて 10 mL とし，希塩酸を加えて中和し，更に希塩酸 1 mL を加え，冷後，スルファニル酸溶液（1 → 100）1 mL を加えて 2 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液（1 → 1000）1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき，液は直ちに赤紫色を呈しない．

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，無水ピリジン/無水酢酸混液（8：1）20 mL を正確に量って加え，還流冷却器を付け，水浴上で 2 時間加熱する．次に冷却器を通じて水 20 mL で洗い込み，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 156.3 mg $C_{10}H_{20}O$

貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

モノステアリン酸アルミニウム

Aluminum Monostearate

本品は主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）のアルミニウム化合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アルミニウム（Al：26.98）7.2 ～ 8.9 % を含む．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 g に塩酸 30 mL を加え，しばしば振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱し，冷後，水 50 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，放置する．水層を分取し，わずかに混濁を生じるまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，ろ過した液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） （1）のジエチルエーテル層を分取し，水 20 mL ずつで 2 回洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は 54 ℃ 以上である．

脂肪酸の酸価〈*1.13*〉 193 ～ 210 確認試験（2）で得た脂肪酸約 1 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに精密に量り，ジエチルエーテル/エタノール（95）混液（2∶1）100 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液数滴を加え，以下酸価の試験を行う．

純度試験

（1） 遊離脂肪酸 本品 1.0 g に中和エタノール/ジエチルエーテル混液（1∶1）約 50 mL を加えて振り混ぜ，乾燥ろ紙でろ過し，容器及びろ紙を中和エタノール/ジエチルエーテル混液（1∶1）の少量で洗い，洗液をろ液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化カリウム液 2.1 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 可溶性塩 本品 2.0 g を三角フラスコにとり，水 80 mL を加え，ゆるく栓をして時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱し，冷後，乾燥ろ紙でろ過し，水少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とし，その 50 mL をとり，水浴上で蒸発し，更に 600 ℃ で強熱するとき，残留物の量は 10.0 mg 以下である．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，注意しながら初めは弱く加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，薄めた塩酸（1 → 2）10 mL を加え，水浴上で蒸発し，残留物に水 20 mL を加えて 1 分間煮沸する．冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は薄めた塩酸（1 → 2）10 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 5.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（50 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g に硝酸マグネシウム六水和物 2 g を混和し，弱い炎で灰化し，冷後，残留物に硝酸 0.5 mL を加えて潤した後，再び加熱し，この残留物に希硫酸 10 mL を加え，白煙を発生するまで加熱し，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，弱い炎で灰化し，冷後，硝酸 0.5 mL を滴加し，水浴上で加熱して蒸発した後，900 ～ 1100 ℃ で恒量になるまで強熱し，冷後，速やかにその質量を量り，酸化アルミニウム（Al_2O_3：101.96）の量とする．

アルミニウム（Al）の量（mg）
= 酸化アルミニウム（Al_2O_3）の量（mg）× 0.5293

貯 法 容 器 密閉容器．

モノステアリン酸グリセリン

Glyceryl Monostearate

グリセリンモノステアリン酸エステル

本品は α-及び β-グリセリルモノステアレートとその他のグリセリンの脂肪酸エステルとの混合物である．

性 状 本品は白色～淡黄色のろうようの塊，薄片又は粒で，わずかに特異なにおい及び味がある．

本品は温エタノール（95）に極めて溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に硫酸水素カリウム 0.5 g を加えてほとんど炭化するまで加熱するとき，アクロレインの刺激臭を発する．

（2） 本品 0.1 g にエタノール（95）2 mL を加え，加温して溶かし，希硫酸 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱した後，冷却するとき，白色～黄色の固体を析出する．この固体を分離し，これにジエチルエーテル 3 mL を加えて振り混ぜるとき，溶ける．

融 点〈*1.13*〉 55 ℃ 以上．

酸 価〈*1.13*〉 15 以下．

けん化価〈*1.13*〉 157 ～ 170

ヨウ素価〈*1.13*〉 3.0 以下．ただし，シクロヘキサンの代わりにクロロホルムを用いる．

純度試験 液性 本品 1.0 g に熱湯 20 mL を加え，振り混ぜながら冷却した液は中性である．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

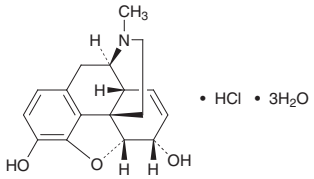
容 器 気密容器．

モルヒネ塩酸塩水和物

Morphine Hydrochloride Hydrate

塩酸モルヒネ

モルヒネ塩酸塩



$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：375.84

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-3,6-diol monohydrochloride trihydrate ［*6055-06-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，モルヒネ塩酸塩（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$：321.80）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−111 ～ −116°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩 本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（3） メコン酸 本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（4） 類縁物質 本品 0.1 g を薄めたエタノール（95）（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（95）（1 → 2）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液のスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 13 ～ 15 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 3.0 mL に溶かし，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL を加えて混和し，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.18 mg $C_{17}H_{19}NO_3$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

モルヒネ塩酸塩錠

Morphine Hydrochloride Tablets

塩酸モルヒネ錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するモルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$：375.84）を含む．

製 法 本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01 g に対応する量をとり，水 100 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．また，本品を粉末とし，表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01 g に対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す．

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，10 分間超音波抽出した後，水を加えて 50 mL とする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.1679$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

モルヒネ塩酸塩注射液

Morphine Hydrochloride Injection

塩酸モルヒネ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するモルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$：375.84）を含む．

製　法　本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 5.0

確認試験　本品の表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.04 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 mL に水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．また，試料溶液 5 mL に希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のモルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$）約 80 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 4 \times 1.1679$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

モルヒネ・アトロピン注射液

Morphine and Atropine Injection

モヒアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3$・HCl・$3H_2O$：375.84）0.91 ～ 1.09 w/v% 及びアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O：694.83〕0.027 ～ 0.033 w/v% を含む．

製　法

モルヒネ塩酸塩水和物	10 g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に着色する．

pH：2.5 ～ 5.0

確認試験　本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別に塩酸モルヒネ 0.1 g 及び硫酸アトロピン 3 mg をそれぞれ水 10 mL ずつに溶かした液 2 mL ずつにつき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットは，それぞれ標準溶液（1）及び標準溶液

（2）から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（モルヒネ及びアトロピン）．

採取容量 〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） モルヒネ塩酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.1679$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） アトロピン硫酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25) \times 1.027$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 12500）

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は定量法（1）の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

流量：モルヒネの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質，アトロピンの順に溶出し，モルヒネと内標準物質の分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

薬用石ケン
Medicinal Soap

本品は脂肪酸のナトリウム塩である．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は粒で，敗油性でない特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 100）はアルカリ性である．

脂 肪 酸　本品 25 g を熱湯 300 mL に溶かし，希硫酸 60 mL を徐々に加え，水浴中で 20 分間加熱する．冷後，析出物をろ取し，洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで温湯で洗い，小ビーカーに移し，水分が分離して脂肪酸が澄明になるまで水浴上で加熱し，温時小ビーカーにろ過し，100 ℃ で 20 分間乾燥したものにつき，油脂試験法〈1.13〉により試験を行うとき，脂肪酸の凝固点は 18 ～ 28 ℃，酸価は 185 ～ 205 及びヨウ素価は 82 ～ 92 である．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品 5.0 g に中和エタノール 85 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，熱時脱脂綿を用いてろ過し，容器及び残留物を熱中和エタノール 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，熱中和エタノールを加えて 100 mL とする．これを試料溶液とし，70 ℃ で速やかに次の試験を行う．

（ｉ） 試料溶液 40 mL にフェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は赤色である．

（ii） 試料溶液 40 mL にフェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） エタノール不溶物 本品約 2 g を精密に量り，中和エタノール 100 mL を加え，加温して溶かし，ガラスろ過器（G 4）を用いてろ過する．残留物を熱中和エタノール 100 mL で洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 1.0 % 以下である．

（4） 水不溶物 （3）の乾燥物を水 200 mL で洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 0.15 % 以下である．

（5） 炭酸アルカリ （4）の洗液にメチルオレンジ試液 3 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 2 mL を加えるとき，液は赤色である．

乾燥減量 粉末のもの 5.0 % 以下，粒のもの 10.0 % 以下．本品約 0.5 g を質量既知のビーカーに精密に量り，105 ℃ で 1 時間乾燥した海砂（1 号）10 g を加え，再び質量を量り，エタノール（95）10 mL を加え，よくかき混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，105 ℃ で 3 時間乾燥する．

貯 法 容 器 密閉容器．

薬用炭
Medicinal Carbon

性 状 本品は黒色の粉末で，におい及び味はない．

確認試験 本品 0.5 g を試験管に入れ，送風しながら直火で加熱するとき，火炎を生じないで燃焼し，発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白濁を生じる．

純度試験

（1） 液性 本品 3.0 g に水 60 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの容積とし，ろ過する．ろ液は無色で，中性である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 （1）のろ液 4.0 mL をネスラー管にとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL を加える（0.142 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）のろ液 5 mL をネスラー管にとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.192 % 以下）．

（4） 硫化物 本品 0.5 g に希塩酸 15 mL 及び水 10 mL を加えて煮沸するとき，5 分間以内に発生するガスは酢酸鉛（Ⅱ）紙を褐変しない．

（5） シアン化合物 本品 5 g を蒸留フラスコに入れ，L−酒石酸 2 g 及び水 50 mL を加え，蒸留装置に連結する．受器には水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び水 10 mL を入れ，冷却器の下端をこの液に浸し，受器を氷冷し，留液 25 mL を得るまで蒸留し，これに水を加えて 50 mL とし，この液 25 mL に硫酸鉄（Ⅱ）七水和物溶液（1 → 20）1 mL を加え，ほとんど沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，ろ液に塩酸 1 mL 及び希塩化鉄（Ⅲ）試液 0.5 mL を加えるとき，青色を呈しない．

（6） 酸可溶物 本品約 1 g を精密に量り，水 20 mL 及び塩酸 5 mL を加えて 5 分間煮沸した後，ろ過し，残留物を熱湯 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，硫酸 5 滴を加えて蒸発した後，強熱するとき，残留物は 3.0 % 以下である．

（7） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（8） 亜鉛 本品 0.5 g を強熱して灰化し，残留物に希硝酸 5 mL を加え，穏やかに 5 分間煮沸してろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，アンモニア試液 3 mL を加えてろ過し，水で洗いながら洗液をろ液に合わせて 25 mL とし，この液に硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，3 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 4 % 以下（1 g）．

吸 着 力

（1） 本品を乾燥し，その 1.0 g をとり，硫酸キニーネ 120 mg を水 100 mL に溶かした液を加え，5 分間激しく振り混ぜ，直ちにろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL をとり，ヨウ素試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） メチレンブルー 250 mg を正確に量り，水に溶かし正確に 250 mL とし，この液 50 mL ずつを 2 個の共栓フラスコ中に正確に量り，一方のフラスコに，本品を乾燥し，その 250 mg を正確に量って加え，5 分間激しく振り混ぜる．各フラスコの内容物をそれぞれ，ろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 25 mL を正確に量り，250 mL のメスフラスコに入れる．各メスフラスコに酢酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 10）50 mL を加え，揺り動かしながら正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 35 mL を加え，しばしば激しく振り混ぜて 50 分間放置した後，水を加えてそれぞれ 250 mL とする．10 分間放置した後，20 ℃ 以下でろ過し，初めのろ液 30 mL を除き，次のろ液 100 mL ずつを正確に量り，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．各液の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の量の差は 1.2 mL 以上である．

貯 法 容 器 密閉容器．

ヤシ油
Coconut Oil

OLEUM COCOIS

椰子油

本品はココヤシ *Cocos nucifera* Linné（*Palmae*）の種子から得た脂肪油である．

性 状 本品は白色～淡黄色の塊又は無色～淡黄色澄明の油で，

わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は 15 ℃ 以下で凝固し，堅くてもろい塊となる．

融点：20 ～ 28 ℃

酸　価〈*1.13*〉　0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉　246 ～ 264

不けん化物〈*1.13*〉　1.0 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　7 ～ 11

貯　法　容　　器　気密容器．

ユーカリ油

Eucalyptus Oil

OLEUM EUCALYPTI

本品はユーカリノキ ***Eucalyptus globulus*** Labillardière 又はその他近縁植物（***Myrtaceae***）の葉を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，シネオール（$C_{10}H_{18}O$：154.25）70.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異な芳香及び刺激性の味がある．

本品は中性である．

確認試験　本品 1 mL にリン酸 1 mL を加えて強く振り混ぜた後，放置するとき，30 分以内に固まる．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.458 ～ 1.470

比　重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.907 ～ 0.927

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 mL は薄めたエタノール（7 → 10）5 mL に澄明に混和する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，ヘキサンに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用シネオール約 0.1 g を精密に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するシネオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シネオール（$C_{10}H_{18}O$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用シネオールの秤取量（mg）

内標準溶液　アニソールのヘキサン溶液（1 → 250）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステルをシラン処理した 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：シネオールの保持時間が約 11 分になるように調整する．

カラムの選定：シネオール及びリモネン 0.1 g ずつをヘキサン 25 mL に溶かす．この液 1 mL を量り，ヘキサンを加えて 20 mL とする．この液約 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，リモネン，シネオールの順に流出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる．

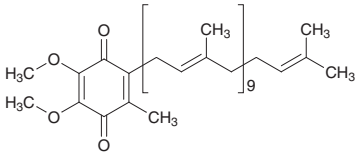
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ユビデカレノン

Ubidecarenone



$C_{59}H_{90}O_4$：863.34

(2*E*,6*E*,10*E*,14*E*,18*E*,22*E*,26*E*,30*E*,34*E*,38*E*)−2−(3,7,11,15,19,23,27,31,35,39−Decamethyltetraconta−2,6,10,14,18,22,26,30,34,38−decaen−1−yl)−5,6−dimethoxy−3−methyl−1,4−benzoquinone　［*303−98−0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ユビデカレノン（$C_{59}H_{90}O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解し，着色が強くなる．

融点：約 48 ℃

確認試験

（1）　本品 0.05 g をジエチルエーテル 1 mL に溶かし，エタノール（99.5）10 mL を加える．この液 2 mL にエタノール（99.5）3 mL 及びマロン酸ジメチル 2 mL を加えた後，水酸化カリウム溶液（1 → 5）1 mL を 1 滴ずつ加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はユビデカレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.05 g にエタノール（99.5）50 mL

を加え，約 50 ℃ で 2 分間加温して溶かし，冷後，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のユビデカレノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のユビデカレノンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たユビデカレノンのピーク高さが 20 ～ 40 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からユビデカレノンの保持時間の約 2 倍の範囲

水　分〈2.48〉　0.20 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びユビデカレノン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれにエタノール（99.5）40 mL を加え，約 50 ℃ で 2 分間加温して溶かし，冷後，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ユビデカレノン（$C_{50}H_{90}O_4$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したユビデカレノン標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/エタノール（99.5）混液（13：7）

流量：ユビデカレノンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びユビキノン-9　0.01 g ずつをエタノール（99.5）20 mL を加え，約 50 ℃ で 2 分間加温して溶かし，冷後，この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ユビキノン-9，ユビデカレノンの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ユビデカレノンのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヨウ化カリウム

Potassium Iodide

KI：166.00

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨウ化カリウム（KI）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は湿った空気中でわずかに潮解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物，臭化物及びチオ硫酸塩　本品 0.20 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 15.0 mL を加え，2 ～ 3 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に希硝酸 15 mL を加えるとき，液は褐色を呈しない．また，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアンモニア試液 2.5 mL，0.1 mol/L 硝酸銀液 7.5 mL 及び希硝酸 15 mL を加える．

（4）　硝酸塩，亜硝酸塩又はアンモニウム　本品 1.0 g を 40 mL の試験管にとり，水 5 mL，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び線状のアルミニウム 0.2 g を加え，脱脂綿を管口にさし込み，水浴上で 15 分間注意して加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　シアン化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，この液 5 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加温し，塩酸 4 mL を加えるとき，液は緑色を呈しない．

（6）　ヨウ素酸塩　本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，希硫酸 2 滴及びデンプン試液 1 滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（7）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硫酸 1 mL を加え，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9）　ナトリウム　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（10）　ヒ素〈1.11〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 10 mL に溶かし，塩酸 35 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜながら 0.05 mol/L

ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL = 16.60 mg KI

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ヨウ化ナトリウム
Sodium Iodide

NaI：149.89

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨウ化ナトリウム（NaI）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，グリセリン又はエタノール（95）に溶けやすい．

本品は湿った空気中で潮解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物，臭化物及びチオ硫酸塩　本品 0.20 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 15.0 mL を加え，2 ～ 3 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に希硝酸 15 mL を加えるとき，液は褐色を呈しない．また，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアンモニア試液 2.5 mL，0.1 mol/L 硝酸銀液 7.5 mL 及び希硝酸 15 mL を加える．

（4）　硝酸塩，亜硝酸塩又はアンモニウム　本品 1.0 g を 40 mL の試験管にとり，水 5 mL，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び線状のアルミニウム 0.2 g を加え，脱脂綿を管口にさし込み，水浴上で 15 分間注意して加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　シアン化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，この液 5 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加温し，塩酸 4 mL を加えるとき，液は緑色を呈しない．

（6）　ヨウ素酸塩　本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，希硫酸 2 滴及びデンプン試液 1 滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硫酸 1 mL を加え，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9）　カリウム　本品 1.0 g を水に溶かし 100 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（1 → 30）5.0 mL を加え，直ちに振り混ぜ，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム 9.5 mg を水に溶かし，1000 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

（10）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（2 g，120 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 10 mL に溶かし，塩酸 35 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜながら 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL = 14.99 mg NaI

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ヨウ化ナトリウム（^{123}I）カプセル
Sodium Iodide（^{123}I）Capsules

本品はヨウ素-123 をヨウ化ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム（^{123}I）カプセルの条に適合する．

ヨウ化ナトリウム（^{131}I）液
Sodium Iodide（^{131}I）Solution

本品はヨウ素-131 をヨウ化ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム（^{131}I）液の条に適合する．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又は保存剤若しくは安定剤によるにおいがある．

ヨウ化ナトリウム（^{131}I）カプセル
Sodium Iodide（^{131}I）Capsules

本品はヨウ素-131 をヨウ化ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム（^{131}I）カプセルの条に適合する．

ヨウ化人血清アルブミン（^{131}I）注射液
Iodinated (^{131}I) Human Serum Albumin Injection

本品は水性の注射剤で，ヨウ素−131 でヨウ素化された健康なヒトの血清アルブミンを含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化人血清アルブミン（^{131}I）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色〜淡黄色澄明の液である．

ヨウ化ヒプル酸ナトリウム（^{131}I）注射液
Sodium Iodohippurate (^{131}I) Injection

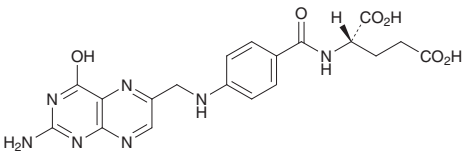
本品は水性の注射剤で，ヨウ素−131 をオルトヨウ化ヒプル酸ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ヒプル酸ナトリウム（^{131}I）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又は保存剤若しくは安定剤によるにおいがある．

葉酸
Folic Acid



$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40

N−{4−[(2−Amino−4−hydroxypteridin−6−ylmethyl)amino]benzoyl}−L−glutamic acid　[*59−30−3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）98.0 〜 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色〜だいだい黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，メタノール，エタノール（95），ピリジン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は塩酸，硫酸，希水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 100）に溶け，液は黄色となる．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品 1.5 mg を希水酸化ナトリウム試液に溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は葉酸標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　（1）の液 10 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加え，液が青色になるまで振り混ぜ，直ちに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，青色の蛍光を発する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　遊離アミン　定量法の試料溶液 30 mL を正確に量り，希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にパラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めたエタノール（2 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．これらの液 4 mL ずつを正確に量り，以下定量法と同様に操作し，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離アミンの量は 1.0 % 以下である．

$$遊離アミンの量\ (\%) = (W' / W) \times (A_T / A_S)$$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

W'：パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品の秤取量（mg）

水　分〈*2.48*〉　8.5 % 以下（10 mg，電量滴定法）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及び葉酸標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれに希水酸化ナトリウム試液 50 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 mL ずつを正確に量り，それぞれに希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 60 mL ずつに亜鉛末 0.5 g を加え，しばしば振り混ぜ，20 分間放置する．次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 4 mL ずつを正確に量り，それぞれに水 1 mL，希塩酸 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，混和した後，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 200）1 mL を加え，よく振り混ぜた後，2 分間放置する．これらの液に *N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液（1 → 1000）1 mL ずつを加え，振り混ぜた後，10 分間放置し，水を加えて正確に 20 mL とする．別に試料溶液 30 mL を正確に量り，希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，希塩酸 18 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．次にこの液 4 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作して得た液を空試験液とする．これらの液につき，水 4 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液並びに空試験液の波長 550 nm における吸光度 A_T，A_S 及び A_C を測定する．

葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）の量（mg）= $W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\}$

W_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

葉酸錠
Folic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 115 % に対応する葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40）を含む．

製　法　本品は「葉酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「葉酸」1.5 mg に対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．最初のろ液 10 mL を除き，次のろ液につき，以下「葉酸」の確認試験（2）を準用する．
（2）（1）のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 255 ～ 257 nm，281 ～ 285 nm 及び 361 ～ 369 nm に吸収の極大を示す．また，255 ～ 257 nm 及び 361 ～ 369 nm の吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき，A_1/A_2 は 2.80 ～ 3.00 である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液 50 mL を加え，しばしば振り混ぜた後，100 mL のメスフラスコにろ過し，希水酸化ナトリウム試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約 50 mg を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 mL ずつを正確に量り，以下「葉酸」の定量法を準用する．

葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）の量（mg）= $W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\}$

W_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

葉酸注射液
Folic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応する葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40）を含む．

製　法　本品は「葉酸」をとり，「水酸化ナトリウム」又は「炭酸ナトリウム」を用いて溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色澄明の液である．
pH：8.0 ～ 11.0

確認試験
（1）　本品の表示量に従い「葉酸」1.5 mg に対応する容量をとり，希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする．この液につき，以下「葉酸」の確認試験（2）を準用する．
（2）（1）の液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 255 ～ 257 nm，281 ～ 285 nm 及び 361 ～ 369 nm に吸収の極大を示す．また，255 ～ 257 nm 及び 361 ～ 369 nm の吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき，A_1/A_2 は 2.80 ～ 3.00 である．
（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約 50 mg を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 mL ずつを正確に量り，以下「葉酸」の定量法を準用する．

葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）の量（mg）= $W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\}$

W_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ヨウ素
Iodine

I：126.90

本品は定量するとき，ヨウ素（I）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は灰黒色の板状又は粒状の重い結晶で，金属性の光沢があり，特異なにおいがある．
本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．
本品はヨウ化カリウム試液に溶ける．
本品は常温で揮散する．

確認試験
（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 50）は赤褐色を呈する．
（2）　本品のクロロホルム溶液（1 → 1000）は赤紫色～紫色を呈する．
（3）　本品の飽和水溶液 10 mL にデンプン試液 0.5 mL を加えるとき，液は暗青色を呈し，これを煮沸すると消え，冷却するとき，再び現れる．

純度試験
（1）　昇華残留物　本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華させ，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0

mg 以下である．

（2） 塩化物又は臭化物　本品を粉末とし，その 1.0 g を水 20 mL とよくすり混ぜてろ過し，ろ液 10 mL に薄めた亜硫酸水（1 → 5）を黄色が消えるまで滴加し，これにアンモニア試液 1 mL を加え，更に硝酸銀試液 1 mL を少量ずつ加え，水を加えて 20 mL とし，よく振り混ぜてろ過する．初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液 10 mL をとり，硝酸 2.0 mL 及び水を加えて 20 mL とするとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に水 5 mL，アンモニア試液 2.5 mL，硝酸銀試液 1 mL，硝酸 2.0 mL 及び水を加えて 20 mL とする．

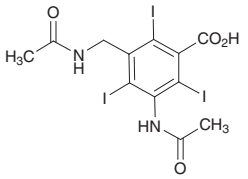
定 量 法　共栓フラスコにヨウ化カリウム 1 g 及び水 1 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 0.3 g を加え，再び精密に量る．次に穏やかに振り動かして溶かした後，水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 12.69 mg I

貯 法 容 器　気密容器．

ヨーダミド

Iodamide



$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$：627.94

3−Acetylamino−5−acetylaminomethyl−2, 4, 6−triiodobenzoic acid ［*440−58−4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヨーダミド（$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に塩酸 5 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品 1 g を水 100 mL に加熱して溶かし，穏やかに煮沸しながら約 30 mL になるまで濃縮し，析出する結晶を，冷後，ろ過し，乾燥した後，同様の試験を行う．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 5）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 芳香族第一アミン　本品 0.20 g をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，1−ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）0.4 mL，水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.12 以下である．

（3） 可溶性ハロゲン化物　本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし，更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL をネスラー管にとり，エタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし，次にエタノール（95）を加えて 50 mL とする．

（4） ヨウ素　本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，クロロホルム 5 mL を加えて激しく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.93 mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯 法

保存条件　遮光して保存する．

容 器　気密容器．

ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Iodamide Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，ヨーダミド（$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$：627.94）59.7 ～ 65.9 w/v% を含む．

製　法

ヨーダミド	627.9 g
水酸化ナトリウム	6.0 g
メグルミン	165.9 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 2 mL に水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 3 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G3）で吸引ろ取し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，フラスコに移し，水 100 mL を加え，加熱して溶かし，穏やかに煮沸しながら約 30 mL になるまで濃縮し，析出する結晶を，冷後，ろ過し，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「ヨーダミド」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

（2）　（1）の乾燥した結晶につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3390 cm^{-1}，1369 cm^{-1}，1296 cm^{-1}，1210 cm^{-1} 及び 1194 cm^{-1} 付近に吸収を認める．もし，吸収の波数がこれらと異なるときは，乾燥した結晶 1 g を水 100 mL に加熱して溶かし，（1）の操作を繰り返した後，同様の試験を行う．

（3）　本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試験液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試験液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　α_D^{20}：－3.84 ～ －4.42°（100 mm）．

pH〈2.54〉　6.5 ～ 7.5

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品 0.30 mL をとり，水 6 mL を加えて混和し，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，以下「ヨーダミド」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.22 以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品 0.40 mL に水を加えて 20 mL とし，希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G3）を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし 100 mL とする．この液 0.10 mL に水 20 mL を加え，更に希硝酸 5 mL，クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉　本品をとり，1 mL 中に本品 0.30 mL を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 8 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 30 mL 及び亜鉛粉末 1 g を加え，以下「ヨーダミド」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.93 mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ヨードチンキ

Iodine Tincture

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）5.7 ～ 6.3 w/v% 及びヨウ化カリウム（KI：166.00）3.8 ～ 4.2 w/v% を含む．

製　法

ヨウ素	60 g
ヨウ化カリウム	40 g
70 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は暗赤褐色の液で，特異なにおいがある．

比重　d_{20}^{20}：約 0.97

確認試験

（1）　本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき，暗青紫色を呈する．

（2）　本品 3 mL を水浴上で蒸発乾固した後，直火で弱く加熱するとき，白色の残留物を生じる．この残留物はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

アルコール数〈1.01〉　6.6 以上（第 2 法）．ただし，第 1 法の前処理（ii）を行う．

定 量 法

（1）　ヨウ素　本品 5 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム 0.5 g，水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 12.69 mg I

（2）　ヨウ化カリウム　本品 5 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 20 mL，塩酸 50 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて室温に冷却し，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激しく振り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．クロロホルム層の色が消えた後，5

分間放置して再び着色するときは更に滴定〈*2.50*〉を続ける．

ここに得た 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液の消費量 *a* (mL) と（1）の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 *b* (mL) から次の式によってヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) を求める．

ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) = 16.60 × {*a* − (*b* / 2)}

貯　法　容　　器　気密容器．

希ヨードチンキ
Dilute Iodine Tincture

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）2.8 ～ 3.2 w/v% 及びヨウ化カリウム（KI：166.00）1.9 ～ 2.1 w/v% を含む．

製　法

ヨウ素	30　g
ヨウ化カリウム	20　g
70 vol% エタノール	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．また，「ヨードチンキ」500 mL をとり，70 vol% エタノールを加えて全量を 1000 mL として製することができる．

性　状　本品は暗赤褐色の液で，特異なにおいがある．

比重　d_{20}^{20}：約 0.93

確認試験

（1）　本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき，暗青紫色を呈する．

（2）　本品 3 mL を水浴上で蒸発乾固した後，直火で弱く加熱するとき，白色の残留物を生じる．この残留物はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉　6.7 以上（第 2 法）．ただし，第 1 法の前処理（ii）を行う．

定 量 法

（1）　ヨウ素　本品 10 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム 0.5 g，水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 12.69 mg I

（2）　ヨウ化カリウム　本品 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 20 mL，塩酸 50 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて室温に冷却し，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激しく振り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．クロロホルム層の色が消えた後，5 分間放置して再び着色するときは更に滴定〈*2.50*〉を続ける．

ここに得た 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液の消費量 *a* (mL) と（1）の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 *b* (mL) から次の式によってヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) を求める．

ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) = 16.60 × {*a* − (*b* / 2)}

貯　法　容　　器　気密容器．

歯科用ヨード・グリセリン
Dental Iodine Glycerin

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）9.0 ～ 11.0 w/v%，ヨウ化カリウム（KI：166.00）7.2 ～ 8.8 w/v% 及び硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58）0.9 ～ 1.1 w/v% を含む．

製　法

ヨウ素	10　g
ヨウ化カリウム	8　g
硫酸亜鉛水和物	1　g
グリセリン	35 mL
精製水	適　量
全　　量	100 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性　状　本品は暗赤褐色の液で，ヨウ素のにおいがある．

確認試験

（1）　定量法（1）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ素）．

（2）　定量法（2）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ化カリウム）．

（3）　本品 1 mL を共栓試験管にとり，エタノール (95) 10 mL を混和し，更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅（II）二水和物のエタノール溶液 (95)（1 → 10）1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

（4）　定量法（3）で得た呈色液は，赤紫色～紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 618 ～ 622 nm に吸収の極大を示す（硫酸亜鉛水和物）．

定 量 法

（1）　ヨウ素　本品 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール (95)（3 → 10）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約 0.5 g 及び 105 ℃ で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.4 g をそれぞれ精密に量り，薄めたエタノール (95)（3 → 10）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）20 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜ，クロロホルム/ヘキサン層を分取し〔水層は（2）に用いる〕，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法

〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ素（I）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ素の秤取量（mg）

（2） ヨウ化カリウム （1）の試料溶液及び標準溶液から得た水層 7 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．クロロホルム/ヘキサン層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ化カリウム（KI）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（3） 硫酸亜鉛水和物 本品 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（3 → 10）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に亜鉛標準原液 10 mL を正確に量り，薄めたエタノール（3 → 200）を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を加えて振り混ぜ，静置する．水層 3 mL ずつを正確に量り，pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL 及びジンコン試液 2 mL を加え，更に水を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 620 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）の量（mg）
$= W \times (A_T / A_S) \times 4.397$

W：亜鉛標準原液 10 mL 中の亜鉛の量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

複方ヨード・グリセリン
Compound Iodine Glycerin

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）1.1 ～ 1.3 w/v%，ヨウ化カリウム（KI：166.00）2.2 ～ 2.6 w/v%，総ヨウ素（I として）2.7 ～ 3.3 w/v% 及びフェノール（C_6H_6O：94.11）0.43 ～ 0.53 w/v% を含む．

製 法

ヨウ素	12 g
ヨウ化カリウム	24 g
グリセリン	900 mL
ハッカ水	45 mL
液状フェノール	5 mL
精製水	適 量
全 量	1000 mL

「ヨウ化カリウム」及び「ヨウ素」を「精製水」約 25 mL に溶かし，これに「グリセリン」を加えた後，「ハッカ水」，「液状フェノール」及び「精製水」を加えて全量を 1000 mL とし，混和して製する．ただし，「グリセリン」の代わりに「濃グリセリン」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性 状 本品は赤褐色粘稠性の液で，特異なにおいがある．
比重 d_{20}^{20}：約 1.23

確認試験
（1） 定量法（1）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ素）．
（2） 定量法（2）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ化カリウム）．
（3） 定量法（4）で得た呈色液は黄色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 401 ～ 405 nm に吸収の極大を示す（フェノール）．
（4） 本品 1 mL を共栓試験管にとり，エタノール（95）10 mL を混和し，更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅（Ⅱ）二水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

定 量 法
（1） ヨウ素 本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法〈2.56〉により比重を測定する．その約 7 mL に対応する質量を精密に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約 80 mg 及び 105 ℃ で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.17 g をそれぞれ精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，50 mL の分液漏斗に入れ，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL 及び水 15 mL を順次正確に加え，直ちに強く振り混ぜ，クロロホルム/ヘキサン層を分取し〔水層は（2）に用いる〕，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ素（I）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ素の秤取量（mg）

（2） ヨウ化カリウム （1）の試料溶液及び標準溶液から得た水層 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加え，直ちに強く振り混ぜる．クロロホルム/ヘキサン層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ化カリウム（KI）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（3） 総ヨウ素 本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法〈2.56〉により比重を測定する．その約 5 mL に対応する質量を精密に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に 50 mL のフラスコにとり，亜鉛粉末 0.5 g 及び酢酸（100）5 mL を加え，ヨウ素の色が消えるまで振り混ぜた後，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱する．冷却器を通じて熱湯 10 mL を注加して，冷却器を洗い，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．フラスコは温湯 10 mL で 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，冷後，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ化カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，酢酸（100）5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを 30 mL の分液漏斗に正確にとり，それぞれに水 5 mL，薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加えて直ちに強く振り混ぜる．以下（2）と同様に操作する．

総ヨウ素（I として）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times 0.7644$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（4） フェノール 本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法〈2.56〉により比重を測定する．その約 2 mL に対応する質量を精密に量り，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 3 mL を加えて振り混ぜた後，希塩酸 2 mL を加えて，クロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL ずつで 2 回抽出する．全水層を合わせ，水を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．別に定量用フェノール約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれに希塩酸 2 mL を加え，30 ℃ の恒温水槽に入れる．10 分間放置した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ で 60 分間放置する．次に希水酸化カリウム・エタノール試液を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 403 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 50)$

W_S：定量用フェノールの秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

ヨード・サリチル酸・フェノール精
Iodine, Salicylic Acid and Phenol Spirit

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）1.08 ～ 1.32 w/v%，ヨウ化カリウム（KI：166.00）0.72 ～ 0.88 w/v%，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）4.5 ～ 5.5 w/v%，フェノール（C_6H_6O：94.11）1.8 ～ 2.2 w/v% 及び安息香酸（$C_7H_6O_2$：122.12）7.2 ～ 8.8 w/v% を含む．

製 法

ヨードチンキ	200 mL
サリチル酸	50 g
フェノール	20 g
安息香酸	80 g
消毒用エタノール	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，「消毒用エタノール」の代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性 状 本品は暗赤褐色の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験
（1） 本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき，暗青紫色を呈する（ヨウ素）．
（2） 本品 1 mL にエタノール（95）5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液 1 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 50 mL とする．この液 15 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．
（3） 本品 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL で抽出する．ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 25 mL ずつで 2 回洗った後，希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する．抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（4） 本品 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，試料溶液とする．別にサリチル酸 25 mg，フェノール 0.01 g 及び安息香酸 0.04 g をそれぞれジエチルエーテル 5 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定 量 法

（1） ヨウ素 本品 4 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約 1.2 g 及び 105 ℃ で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.8 g をそれぞれ精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）25 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に水 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後，クロロホルム/ヘキサン層を分取し，〔水層は（2）に用いる〕，脱脂綿でろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ素（I）の量（mg） $= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用ヨウ素の秤取量（mg）

（2） ヨウ化カリウム （1）の試料溶液及び標準溶液から得た水層 8 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，直ちにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に水 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後，以下（1）と同様に操作する．

ヨウ化カリウム（KI）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（3） サリチル酸，フェノール及び安息香酸 本品 2 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）20 mL を加える．この液に 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液をヨウ素の色が消えるまで加えた後，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．別にデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥した定量用サリチル酸約 0.2 g，定量用フェノール約 80 mg 及びデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥した安息香酸約 0.32 g をそれぞれ精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸，フェノール及び安息香酸のピーク面積の比 Q_{Ta}，Q_{Tb} 及び Q_{Tc} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸，フェノール及び安息香酸のピーク面積の比 Q_{Sa}，Q_{Sb} 及び Q_{Sc} を求める．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 2)$

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 2)$

安息香酸（$C_7H_6O_2$）の量（mg）
$= W_{Sc} \times (Q_{Tc} / Q_{Sc}) \times (1 / 2)$

W_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用フェノールの秤取量（mg）
W_{Sc}：安息香酸の秤取量（mg）

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液（1 → 1000）
操作条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）
カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）
流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．
カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

ヨードホルム

Iodoform



CHI_3：393.73

Triiodomethane ［*75-47-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨードホルム（CHI_3）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は光沢のある黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は常温でわずかに揮散する．

融点：約 120 ℃（分解）．

確認試験　本品 0.1 g を加熱するとき，紫色のガスを発生する．

純度試験

（1）　水溶性着色物及び液性　本品を粉末とし，その 2.0 g に水 5 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，放置し，上澄液をろ過するとき，ろ液は無色で中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品を粉末とし，その 3.0 g に水 75 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，放置し，上澄液をろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　（2）のろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.017 % 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，500 mL の共栓フラスコに入れ，エタノール（95）20 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を正確に加え，次に硝酸 10 mL を加え，密栓して振り混ぜ，暗所に 16 時間以上放置した後，水 150 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 5 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 13.12 mg CHI_3

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ラウリル硫酸ナトリウム

Sodium Lauryl Sulfate

本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム（$C_{12}H_{25}NaO_4S$：288.38）からなるアルキル硫酸ナトリウムである．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくい．

本品 1 g は水 10 mL に澄明に又は混濁して溶け，これを振り混ぜるとき，泡立つ．

確認試験

（1）　総アルコール量で得た残留物 0.2 g に臭素・シクロヘキサン試液 4 mL を加えてよく振り混ぜた後，*N*-ブロモスクシンイミド 0.3 g を加え，80 ℃ の水浴中で 5 分間加熱するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）に希塩酸を加えて酸性とし，穏やかに煮沸した液は，冷後，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし，フェノールレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.60 mL を加えるとき，液は黄色である．

（2）　塩化ナトリウム　本品約 5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，必要ならば希硝酸を加えて中性とし，0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 5 mL を正確に加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 5.844 mg NaCl

塩化ナトリウム（NaCl：58.44）の量は次の硫酸ナトリウム（Na_2SO_4：142.04）の量と合わせて 8.0 % 以下である．

（3）　硫酸ナトリウム　本品約 1 g を精密に量り，水 10 mL に溶かし，エタノール（95）100 mL を加えて沸点近くで 2 時間加熱し，温時，沈殿をガラスろ過器（G4）でろ過し，沸騰エタノール（95）100 mL で洗い，水 150 mL で溶かして洗い込み，塩酸 10 mL を加えて沸騰するまで加熱し，塩化バリウム試液 25 mL を加え，一夜放置する．沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，乾燥し，徐々に温度を上げ 500 ～ 600 ℃ で恒量になるまで強熱した後，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．

硫酸ナトリウム（Na_2SO_4）の量（mg）
＝ 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.6086

（4）　未反応アルコール　本品約 10 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，エタノール（95）100 mL を加えて分液漏斗に入れ，石油ベンジン 50 mL ずつで 3 回抽出する．乳化して分離しにくいときは，塩化ナトリウムを加える．全石油ベンジン抽出液を合わせ，水 50 mL ずつで 3 回洗い，水浴上で石油ベンジンを留去し，次に 105 ℃ で 30 分間乾燥し，質量を量るとき，その量は 4.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.5 g，直接滴定）．

総アルコール量　本品約 5 g を精密に量り，水 150 mL 及び塩酸 50 mL を加え，還流冷却器を付け，4 時間煮沸する．冷後，ジエチルエーテル 75 mL ずつで 2 回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，次に 105 ℃ で 30 分間乾燥し，質量を量るとき，その量は 59.0 % 以上である．

貯　法　容　　器　密閉容器.

ラウロマクロゴール

Lauromacrogol

ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル

本品はラウリルアルコールに酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンエーテルである.

性　状　本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色のワセリンよう若しくはろう状の固体で，特異なにおいがあり，味はやや苦く，わずかに刺激性である.

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又は四塩化炭素に極めて溶けやすい.

本品は水に溶けやすいか，又は微細な油滴状となる.

確認試験

（1）　本品 0.5 g に水 10 mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，次にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する.

（2）　本品 0.35 g を四塩化炭素 10 mL に溶かした液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により，0.1 mm の固定セルを用いて測定するとき，波数 1347 cm^{-1}，1246 cm^{-1} 及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

純度試験

（1）　酸　本品 10.0 g をフラスコに入れ，中和エタノール 50 mL を加え，水浴上で 1 ～ 2 回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.3 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加えるとき，液の色は赤色である.

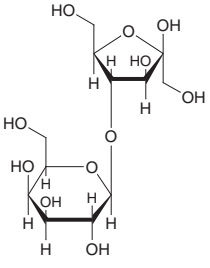
（2）　不飽和化合物　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，臭素試液 5 滴を加えるとき，試液の色は消えない.

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）.

貯　法　容　　器　気密容器.

ラクツロース

Lactulose



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-D-fructose　［*4618-18-2*］

本品は乳糖をアルカリの存在下で異性化し，イオン交換樹脂を用いて精製して得た水溶液である.

本品は定量するとき，ラクツロース（$C_{12}H_{22}O_{11}$）50.0 ～ 56.0 % を含む.

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはなく，味は甘い.

本品は水又はホルムアミドと混和する.

確認試験

（1）　本品 0.7 g に水 10 mL，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（1 → 25）10 mL 及び酢酸（100）0.2 mL を加え，5 ～ 10 分間水浴中で加熱するとき，液は青色を呈する.

（2）　本品 0.3 g と水 30 mL を混和し，0.5 mol/L ヨウ素試液 16 mL を加え，直ちに 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2.5 mL を加えて 7 分間放置した後，薄めた硫酸（3 → 20）2.5 mL を加える．この液に液の色が淡黄色になるまで亜硫酸ナトリウム飽和溶液を加え，次にメチルオレンジ試液 3 滴を加え，水酸化ナトリウム溶液（4 → 25）で中和し，更に水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，フェーリング試液 5 mL を加えて 5 分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じる.

pH〈*2.54*〉　本品 2.0 g を水 15 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である.

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.320 ～ 1.360

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）.

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（3）　ガラクトース及び乳糖　定量法で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラムのガラクトース及び乳糖に相当するピーク高さを測定し，試料溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求めるとき，ガラクトースの量は 11 % 以下で，乳糖の量は 6 % 以下である.

ガラクトース（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）= $W_S \times (Q_{Ta} / Q_{Sa})$

W_S：D-ガラクトースの秤取量（mg）

乳糖（$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_{Tb} / Q_{Sb})$

W_S：乳糖水和物の秤取量（mg）

乾燥減量〈*2.41*〉　35 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，5 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にラクツロース標準品約 0.5 g，D-ガラクトース約 80 mg 及び乳糖水和物約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するラクツロースのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める.

ラクツロース（$C_{12}H_{22}O_{11}$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ラクツロース標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　D-マンニトール溶液（1 → 20）

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径 8 mm，長さ 50 cm のステンレス管に 11 μm の液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %）を充てんする．

カラム温度：75 ℃ 付近の一定温度

移動相：水

流量：ラクツロースの保持時間が約 18 分になるように調整する．

システム適合性

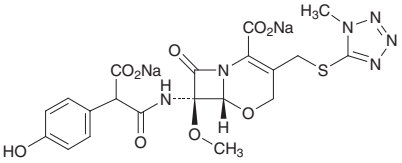
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ラクツロース，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するラクツロース，ガラクトース及び乳糖の各々のピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

ラタモキセフナトリウム

Latamoxef Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_9S$：564.44

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[2-carboxylato-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*64953-12-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 830 ～ 940 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ラタモキセフ（$C_{20}H_{20}N_6O_8S$：520.47）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.5 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ一対のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−32 ～ −40°（脱水物に換算したもの 0.5 g，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品を，塊がある場合は粉末とし，1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 25 mg を水に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のラタモキセフの 2 つのピークのうち，最初に溶出するピークに対する相対保持時間約 0.5 の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積は，標準溶液のラタモキセフのピーク面積より大きくなく，相対保持時間約 1.7 のデカルボキシラタモキセフナトリウムのピーク面積は，標準溶液のラタモキセフのピーク面積の 2 倍より大きくない．ただし，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積は感度係数 0.52 を乗じて補正する．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ラタモキセフのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

異性体比　本品 25 mg を水に溶かし，50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，保持時間 10 分付近に近接して現れる 2 個のピークにつき，溶出順にその面積 A_a 及び A_b を測定するとき，A_a/A_b は 0.8 ～ 1.4 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 7.7 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．

流量：ラタモキセフの 2 つのピークのうち，最初に溶出するピークの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ラタモキセフの 2 つのピークの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，ラタモキセフの 2 つのピークのうち，最初に溶出するピークの面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定量法 本品及びラタモキセフアンモニウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ラタモキセフ（$C_{20}H_{20}N_6O_9S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ラタモキセフアンモニウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 *m*-クレゾール溶液（3 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.94 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及び臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.60 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 750 mL にメタノール 250 mL を加える．

流量：ラタモキセフの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ラタモキセフ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法

保存条件 5 ℃ 以下で保存する．

容器 気密容器．

ラッカセイ油

Peanut Oil

OLEUM ARACHIDIS

落花生油

本品はラッカセイ *Arachis hypogaea* Linné（*Leguminosae*）の種子から得た脂肪油である．

性状 本品は微黄色澄明の油で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

比重 d_{25}^{25}：0.909 ～ 0.916

脂肪酸の凝固点：22 ～ 33 ℃

確認試験 本品 5 g に水酸化ナトリウム溶液（3 → 10）2.5 mL 及びエタノール（95）12.5 mL を加え，煮沸してけん化した後，蒸発してエタノールを除き，残留物を温湯 50 mL に溶かし，これに過量の希塩酸を加え，脂肪酸を遊離させる．この液を冷却して分離した脂肪酸をとり，ジエチルエーテル 75 mL に溶かし，酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 1 g をエタノール（95）40 mL に溶かした液を加え，18 時間放置した後，液をろ過器に傾斜してろ過し，沈殿はジエチルエーテルを用いてこのろ過器に洗い込み吸引ろ過する．沈殿をビーカーに移し，希塩酸 40 mL 及び水 20 mL を加えて加熱し，油層が全く澄明となったとき，これを冷却して水層を傾斜して除く．脂肪酸に薄めた塩酸（1 → 100）50 mL を加え，煮沸した後，冷却して水層を除く．薄めた塩酸（1 → 100）50 mL を用い，更に 1 回この操作を繰り返した後，脂肪酸 0.1 g をとり，エタノール（95）10 mL に溶かし，これに硫化ナトリウム試液 2 滴を加えても暗色を呈しなくなったとき，脂肪酸を凝固させる．これをろ紙の間で圧して水分を除き，薄めたエタノール（9 → 10）25 mL を加え，わずかに加温して溶かし，15 ℃ に冷却して脂肪酸を析出させた後，ろ取し，薄めたエタノール（9 → 10）20 mL で洗浄する．薄めたエタノール（9 → 10）25 mL 及び 20 mL を用い，更に 1 回この操作を繰り返した後，デシケーター（酸化リン（Ⅴ），減圧）で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*1.13*〉は 73 ～ 76 ℃ である．

酸価〈*1.13*〉 0.2 以下．

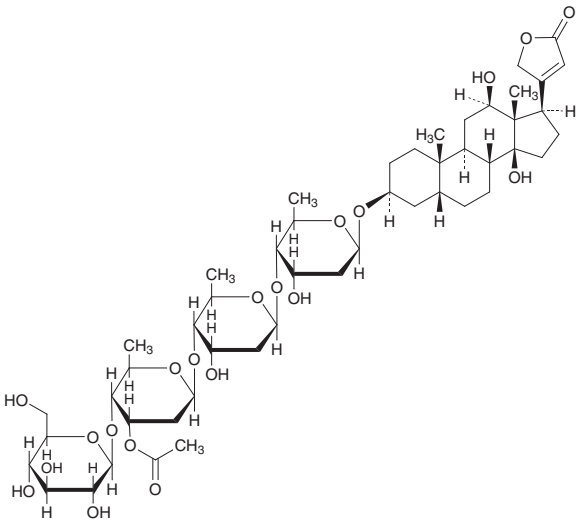
けん化価〈*1.13*〉 188 ～ 196

不けん化物〈*1.13*〉 1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉 84 ～ 103

貯法 容器 気密容器．

ラナトシド C
Lanatoside C



$C_{49}H_{76}O_{20}$：985.12

3*β*-[*β*-D-Glucopyranosyl-(1→4)-3-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12*β*,14-dihydroxy-5*β*,14*β*-card-20(22)-enolide ［*17575-22-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）90.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL を加えて溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品 1.0 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 *μ*L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+32 ～ +35°（乾燥後，0.5 g，メタノール，25 mL，100 mm）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びラナトシド C 標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれ遮光した 25 mL のメスフラスコに入れ，2,4,6-トリニトロフェノール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて 25 mL とし，18 ～ 22 ℃ で 25 分間放置する．これらの液につき，メタノール 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 485 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ラナトシド C 錠
Lanatoside C Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$：985.12）を含む．

製　法　本品は「ラナトシド C」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ラナトシド C」1 mg に対応する量をとり，ジエチルエーテル 3 mL を加え，振り混ぜてろ過し，残留物はジエチルエーテル 3 mL ずつで 2 回洗った後，風乾する．これにクロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL を加え，振り混ぜてろ過し，残留物は更にクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発し，液が少量となったとき，内径約 10 mm の小試験管に移し，更に水浴上で蒸発乾固し，以下「ラナトシド C」の確認試験を準用する．

（2）　定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 *μ*L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて加温して崩壊させ，

エタノール（95）30 mL を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，1 mL 中にラナトシド C （$C_{49}H_{76}O_{20}$）約 5 μg を含む液となるようにエタノール（95）を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水 10 mL 及びエタノール（95）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール（17 → 20）2 mL ずつを正確に量り，あらかじめ 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液を正確に 10 mL ずつ入れた褐色の共栓試験管 T，S 及び B に加え，直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 40 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起の波長 355 nm，蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定する．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の量（mg）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (V / 5000)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に適当な方法で脱気した薄めた塩酸（3 → 500）500 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，表示量の 100 倍量を精密に量り，エタノール（95）を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 500 mL とし，37 ± 0.5 ℃ で 60 分間加温した後，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれを褐色共栓試験管 T，S 及び B に入れる．これらに 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに薄めた過酸化水素試液（1 → 100）0.2 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，30 ～ 37 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，直ちに蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起の波長 355 nm，蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定するとき，本品 6 個の 60 分間の個々の溶出率は 65 % 以上である．

本品には再試験の規定を適用しない．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，遮光した 100 mL のメスフラスコに入れ，エタノール（95）50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，エタノール（95）を加えて 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを遮光した共栓試験管に入れ，アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 3 mL を正確に加えてよく振り混ぜ，22 ～ 28 ℃ で 25 分間放置する．これらの液につき，エタノール（95）5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

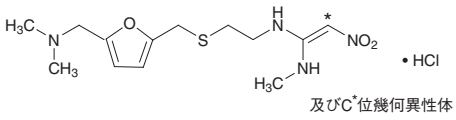
ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

ラニチジン塩酸塩

Ranitidine Hydrochloride
塩酸ラニチジン



$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$：350.86
(1*EZ*)-*N*-{2-[({5-[(Dimethylamino)methyl]furan-2-yl}methyl)sulfanyl]ethyl}-*N*′-methyl-2-nitroethene-1,1-diamine monohydrochloride ［*66357-59-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ラニチジン塩酸塩（$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$）97.5 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性又は細粒状の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 140 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はラニチジン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したラニチジン塩酸塩標準品のスペク

トルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品の水溶液（1 → 10）は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.22 g をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）6 mL，4 mL，2 mL 及び 1 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）とする．別にラニチジンジアミン 12.7 mg をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，標準溶液（6）とする．試料溶液及び標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4），標準溶液（5）及び標準溶液（6）につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別に試料溶液 10 μL をスポットし，その上に標準溶液（6）10 μL をスポットする．速やかに酢酸エチル/2-プロパノール/アンモニア水（28）/水混液（25：15：5：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気を飽和した密閉ガラス容器中に標準溶液（5）から得たスポットが検出されるまで放置する．標準溶液（6）から得たスポットは，試料溶液から得た主スポットと完全に分離する．試料溶液から得た R_f 値約 0.7 のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，その他のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た各類縁物質のスポットの濃さを標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）と比較して，各類縁物質の量を求めるとき，その合計量は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.75 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びラニチジン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のラニチジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ラニチジン塩酸塩（$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ラニチジン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：322 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 5） 混液（17：3）

流量：ラニチジンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 20 mg 及びベンザルフタリド 5 mg を移動相 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンザルフタリド，ラニチジンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ラニチジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

加水ラノリン

Hydrous Lanolin

本品は「精製ラノリン」に水を加えたもので，「精製ラノリン」70 ～ 75 % を含む（蒸発残分による）．

性 状 本品は黄白色の軟膏よう物質で，脱油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶け，このとき，水分を分離する．

本品を水浴上で加熱して溶かすとき，澄明な油層及び水層に分離する．

融点：約 39 ℃

確認試験 本品 1 g をシクロヘキサン 50 mL に溶かし，分離した水を除く．シクロヘキサン液 1 mL を注意して硫酸 2 mL の上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

酸 価〈1.13〉 1.0 以下．

ヨウ素価 18 ～ 36 本品を水浴上で加熱し，ほとんど水分を蒸発した後，その約 0.8 g を 500 mL の共栓フラスコ中に精密に量り，シクロヘキサン 10 mL に溶かし，次にハヌス試液 25 mL を正確に加え，よく振り混ぜる．液が澄明にならないときは，更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後，密栓し，遮光して 20 ～ 30 ℃ で 1 時間時々振り混ぜながら放置する．次にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

ヨウ素価 ＝ {(*a* − *b*) × 1.269} / *W*

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）．
b：本品の試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）．

純度試験

（1） 液性　本品 5 g に水 25 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，水層を分取するとき，その水層は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉　本品 2.0 g に水 40 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） アンモニア　（1）の水層 10 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4） 水溶性有機物　（1）の水層 5 mL に 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.25 mL を加え，5 分間放置するとき，液の紅色は消えない．

（5） ワセリン　蒸発残分の残留物を乾燥したもの 1.0 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．同様にワセリン 20 mg をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない．ただし，この試験には，イソオクタンを用いてあらかじめ上端まで展開し，風乾後，110 ℃ で 60 分加熱した薄層板を用いる．

蒸発残分　本品約 12.5 g を精密に量り，ジエチルエーテル 50 mL に溶かし，分液漏斗に入れ，分離した水層を別の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を前の分液漏斗に合わせる．ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 3 g を加え，振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，分液漏斗及びろ紙はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて 2 回洗い，洗液はろ液に合わせ，水浴上でほとんどジエチルエーテルのにおいがなくなるまで蒸発した後，残留物をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥するとき，その量は 70 ～ 75 % である．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　密閉容器．

精製ラノリン

Purified Lanolin

ADEPS LANAE PURIFICATUS

本品はヒツジ *Ovis aries* Linné（*Bovidae*）の毛から得た脂肪よう物質を精製したものである．

性　状　本品は淡黄色～帯黄褐色の粘性の軟膏ようの物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに極めて溶けやすく，テトラヒドロフラン又はトルエンに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は水にほとんど溶けないが，2 倍量の水を混和しても水を分離せず，軟膏ようの粘性がある．

融点：37 ～ 43 ℃

確認試験　本品のシクロヘキサン溶液（1 → 50）1 mL を注意して硫酸 2 mL の上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

酸　価〈1.13〉　1.0 以下．

ヨウ素価　18 ～ 36　本品約 0.8 g を 500 mL の共栓フラスコに精密に量り，シクロヘキサン 20 mL に溶かし，次にハヌス試液 25 mL を正確に加え，よく振り混ぜる．液が澄明にならないときは，更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後，密栓し，遮光して 20 ～ 30 ℃ で 1 時間時々振り混ぜながら放置する．次にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

ヨウ素価 ＝ {(*a* − *b*) × 1.269} / *W*

W：本品の量（g）
a：空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）

純度試験

（1） 液性　本品 5 g に水 25 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，水層を分取するとき，その水層は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉　本品 2.0 g に水 40 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） アンモニア　（1）の水層 10 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4） 水溶性有機物　（1）の水層 5 mL に 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.25 mL を加え，5 分間放置するとき，液の紅色は消えない．

（5） ワセリン　本品 1.0 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．同様にワセリン 0.020 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの

液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない．ただし，この試験には，イソオクタンを用いてあらかじめ上端まで展開し，風乾後，110 ℃ で 60 分加熱した薄層板を用いる．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 0.1 % 以下．

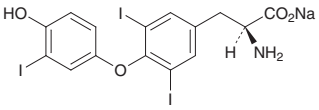
貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密閉容器．

リオチロニンナトリウム

Liothyronine Sodium



$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$：672.96

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3-iodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate ［*55-06-1*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，リオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡褐色の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 1000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴中で 5 分間加温するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 0.02 g に硫酸数滴を加えて直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.02 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 5 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：＋18 ～ ＋22°〔乾燥物に換算したもの 0.2 g，エタノール（95）/1 mol/L 塩酸試液混液（4：1），10 mL，100 mm〕．

純度試験

（1） 可溶性ハロゲン化物　本品 10 mg に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水を加えて 10 mL とし，硝酸銀試液 3 滴を加えて混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL に希硝酸 1 滴及び水を加えて 10 mL とし，硝酸銀試液 3 滴を加える．

（2） ヨウ素及びヨウ化物　本品 0.10 g に希水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水 15 mL を加えて溶かした後，希硫酸 5 mL を加え，時々振り混ぜ 10 分間放置する．次にろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，クロロホルム 10 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）3 滴を加え，30 秒間振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.111 g を正確に量り，水に溶かし 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液 10 mL，水 14 mL 及び希硫酸 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，以下同様に操作する．

（3） 類縁物質　本品 0.15 g を薄めたアンモニア試液（1 → 3）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたアンモニア試液（1 → 3）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*-ブチルアルコール/ *t*-アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2-ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0 % 以下（0.2 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品約 25 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）10 mL 及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）1 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．この液に臭素・酢酸試液 1 mL を加え，栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜる．水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込み，ギ酸 0.5 mL を加え再び栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜ，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．A に窒素を十分に吹き込み，酸素と過量の臭素を追いだし，ヨウ化カリウム 0.5 g を加えて溶かし，直ちに希硫酸 3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置した後，0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
　= 0.7477 mg $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リオチロニンナトリウム錠

Liothyronine Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するリオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$：672.96）を含む．

製　法　本品は「リオチロニンナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「リオチロニンナトリウム」0.1 mg に対応する量をとり，共栓遠心沈殿管に入れ，希水酸化ナトリウム試液 30 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．その上澄液を分液漏斗に入れ，希塩酸 10 mL を加え，酢酸エチル 20 mL ずつで 2 回抽出する．各抽出液は順次，漏斗上に無水硫酸ナトリウム 8 g をのせた脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固し，残留物をメタノール 0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム 10 mg をとり，メタノール 50 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*–ブチルアルコール/*t*–アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2–ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1–ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　定量法で得た呈色液は青色を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え，50 ℃ で 15 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この液を 5 分間遠心分離し，上澄液を必要ならばろ過する．この液一定量を正確に量り，1 mL 中にリオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）約 0.5 μg を含む液となるように 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，正確に一定量とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．試料溶液 200 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比を求める．試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差（%）が 15 %以内のときは適合とする．また，偏差（%）が 15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個のときは，新たに試料 20 個をとって試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差（%）を計算するとき，15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個以下で，かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール/薄めたリン酸（1 → 10）混液（9：1）溶液（1 → 250000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール（57 → 100）

流量：リオチロニンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：リオチロニンナトリウムの 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 2000000）5 mL に内標準溶液 1 mL を加え，システム適合性試験用溶液とする．この液 200 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リオチロニンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 200 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．リオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）約 50 μg に対応する量を精密に量り，めのう製乳鉢に入れ，これに粉末にした炭酸カリウム 1 g を加えてよく混ぜ，注意してるつぼに移し，るつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にする．この乳鉢に更に粉末にした炭酸カリウム 1.5 g を加え，付着している内容物とよく混ぜ，注意して先のるつぼの上部に加え，再びたたいて密にする．これを 675 ～ 700 ℃ で 30 分間強熱し，冷後，水を加えて穏やかに加熱した後，ガラスろ過器（G4）を用いて 20 mL のメスフラスコにろ過する．残留物は水で洗い，洗液を合わせ，冷後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ化カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 75 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，炭酸カリウム溶液（1 → 8）を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2 mL を正確に量り，炭酸カリウム溶液（1 → 8）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを共栓試験管に入れ，薄めた硫酸（4 → 25）3.0 mL 及び過マンガン酸カリウム試液 2.0 mL を加えて水浴上で 15 分間加熱する．冷後，薄めた亜硝酸ナトリウム試液（1 → 10）1.0 mL を加えて振り混ぜた後，アミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 10）1.0 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間室温に放置する．次にバレイショデンプン試液 1.0 mL 及び新たに製した薄めたヨウ化カリウム試液（1 → 40）1.0 mL を加えて振り混ぜた後，20 mL のメスフラスコに移し，共栓試験管は水を用いて洗い，洗液を合わせ，水を加えて 20 mL とし，10 分間放置する．これらの液につき，別に炭酸カリウム溶液（1 → 8）5 mL を用いて試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 600 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

リオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2000) \times 1.3513$

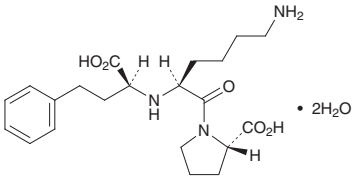
W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

リシノプリル水和物

Lisinopril Hydrate

リシノプリル



$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$：441.52

(2*S*)-1-{(2*S*)-6-Amino-2-[(1*S*)-1-carboxy-3-phenylpropylamino]hexanoyl}pyrrolidine-2-carboxylic acid dihydrate ［*83915-83-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

融点：約 160 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−43.0 ～ −47.0°（脱水物に換算したもの 0.25 g，pH 6.4 の 0.25 mol/L 酢酸亜鉛緩衝液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品約 0.10 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリシノプリルに対する相対保持時間約 1.2 のピーク面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 1/5 より大きくなく，リシノプリル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 2/15 より大きくない．また，リシノプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）

移動相 B：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	90 → 50	10 → 50
10 ～ 25	50	50

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリシノプリルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 15 μL から得たリシノプリルのピーク面積が，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：リシノプリル 10 mg 及び無水カフェイン溶液（1 → 1000）2 mL をとり，水を加えて 200 mL とする．この液 15 μL につき，上記の条件で操作するとき，リシノプリル，カフェインの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　8.0 ～ 9.5 %（0.3 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.66 g を精密に量り，水 80 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
$= 40.55$ mg $C_{21}H_{31}N_3O_5$

貯　法　容　　器　密閉容器．

リシノプリル錠
Lisinopril Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49）を含む．

製　法　本品は「リシノプリル水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）10 mg に対応する量をとり，メタノール 10 mL を加えて 20 分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にリシノプリル 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/酢酸（100）/水/酢酸エチル混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，120 ℃ で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品 20 個以上をとり，粉末とする．表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）約 25 mg に対応する量をとり，水 25 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリシノプリルに対する相対保持時間約 2.0 のジケトピペラジン体のピーク面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 2/3 より大きくない．

試験条件

「リシノプリル水和物」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は「リシノプリル水和物」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 15 μL から得たリシノプリルのピーク面積が，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，本品の表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）1 mg 当たり内標準溶液 5 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (C / 10)$

W_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量（mg）
C：1 錠中のリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の表示量（mg）

内標準溶液　無水カフェイン溶液（1 → 20000）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，5 mg 錠では 60 分後，10 mg 錠及び 20 mg 錠では 90 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）約 5.6 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用リシノプリル（別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリシノプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 5 mg 錠の 60 分間及び 10 mg 錠の 90 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上であり，20 mg 錠の 90 分間の溶出率は 75 % 以上である．

リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量（mg）
C：1 錠中のリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の表示量（mg）

試験条件

検出器，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

流量：リシノプリルの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，リシノプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別に定量用リシノプリル（別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定して

おく）約 10 mg を精密に量り，内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の量
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 2)$

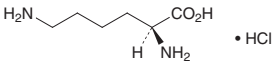
W_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量（mg）

内標準溶液　無水カフェイン溶液（1 → 20000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）
カラム：内径 4.0 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（19：1）
流量：リシノプリルの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リシノプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　密閉容器．

L-リジン塩酸塩

L-Lysine Hydrochloride
塩酸リジン
塩酸 L-リジン



$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$：182.65
(2*S*)-2,6-Diaminohexanoic acid monohydrochloride
[*657-27-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-リジン塩酸塩（$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かし，60 ℃ で蒸発乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+19.0 ～ +21.5°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3）　アンモニウム〈1.02〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/アンモニア水（28）混液（67：33）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）45 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.132 mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$

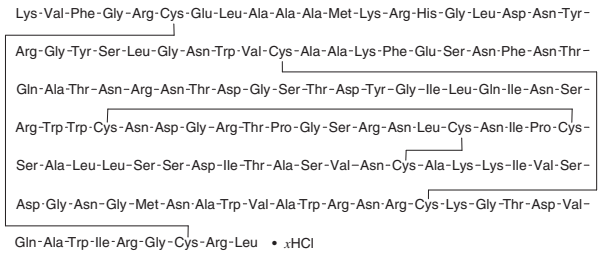
貯　法　容　器　気密容器．

リゾチーム塩酸塩

Lysozyme Hydrochloride

塩化リゾチーム

塩酸リゾチーム



$C_{616}H_{963}N_{193}O_{182}S_{10}$・*x*HCl

［*12650-88-3*，ニワトリ卵白リゾチーム］

本品はニワトリの卵白から得られる塩基性ポリペプチドの塩酸塩で，ムコ多糖分解作用を有する．

本品を定量するとき，換算した乾燥物に対し，その 1 mg 中にリゾチーム 0.9 mg（力価）以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性，若しくは無晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品 3 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

確認試験

（1）本品の pH 5.4 の酢酸塩緩衝液溶液（1 → 500）5 mL に，ニンヒドリン試液 1 mL を加え，10 分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2）本品の pH 5.4 の酢酸塩緩衝液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品の水溶液（3 → 200）5 mL に必要ならば希塩酸を加えて pH 3 に調整するとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 % 以下（0.1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　2.0 % 以下（0.5 g）．

窒素含量　本品につき，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は換算した乾燥物に対し，16.8 ～ 18.6 % である．

定 量 法　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリゾチーム標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL 及び 2 mL をそれぞれ正確に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）は氷冷して保存する．あらかじめ 35 ℃ の水浴中で約 5 分間加温した塩化リゾチーム用基質試液 4 mL を正確に量り，これにあらかじめ 35 ℃ の水浴中で約 3 分間加温した試料溶液 100 μL を正確に加え，35 ℃ で正確に 10 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 640 nm における吸光度 A_T を測定する．別に標準溶液（1）及び標準溶液（2）のそれぞれ 100 μL につき，試料溶液と同様に操作し，吸光度 A_{S1} 及び A_{S2} を測定する．

乾燥物に換算した 1 mg 中のリゾチームの量［mg(力価)］

$$= (W_S / 2W_T) \times \{(A_{S1} - A_T) / (A_{S1} - A_{S2}) + 1\}$$

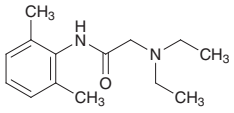
W_S：乾燥物に換算したリゾチーム標準品の秤取量［mg(力価)］

W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　器　気密容器．

リドカイン

Lidocaine



$C_{14}H_{22}N_2O$：234.34

2-Diethylamino-*N*-(2,6-dimethylphenyl)acetamide

［*137-58-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は，希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.04 g をとり，1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　66 ～ 69 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし，水を加

えて 10 mL とするとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.6 g に希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.041 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.096 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.43 mg $C_{14}H_{22}N_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

リドカイン注射液

Lidocaine Injection

塩酸リドカイン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl：270.80）を含む．

製 法 本品は「リドカイン」をとり，対応量の「塩酸」を加え，注射剤の製法により製する．

本品は静脈注射剤として製するときは，保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験 本品の表示量に従い塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl）0.02 g に対応する容量をとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン抽出液 10 mL をとり，1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後，水層につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉 容器に 10 mL を超えて充てんされた静脈注射剤は，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リドカインをデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 85 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL 及び 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリドカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$･HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.1556$

W_S：定量用リドカインの秤取量（mg）

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.88 g を pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（11：9）1000 mL に溶かす．

流量：リドカインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，リドカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

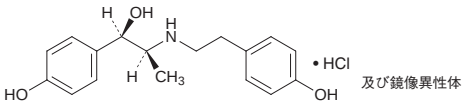
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリドカインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

リトドリン塩酸塩

Ritodrine Hydrochloride

塩酸リトドリン



$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl：323.81

(1*RS*,2*SR*)−1−(4−Hydroxyphenyl)−2−{[2−(4−hydroxyphenyl)ethyl]amino}propan−1−ol monohydrochloride

[*23239−51−2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

本品は光により徐々に淡黄色となる．

融点：約 196 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリトドリンのピークに対する相対保持時間約 1.2 のトレオ体のピーク面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 4/5 より大きくなく，試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体以外のピークの面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体以外のピークの合計面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

流量：リトドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリトドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たリトドリンのピーク面積が，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸リトドリン約 20 mg に移動相 50 mL 及び硫酸 5.6 mL を加え，更に移動相を加えて 100 mL とする．この液の一部を約 85 ℃ で約 2 時間加熱し，放冷する．この液 10 mL を正確に量り，2 mol/mL 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，リトドリンのトレオ体の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リトドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びリトドリン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 30 mg ずつを精密に量り，メタノールに溶かし，それぞれを正確に 50 mL とする．これらの液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム　6.6 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水 700 mL に溶かした後，メタノール 300 mL を加える．この

液にリン酸を加え，pH 3.0 に調整する．
流量：リトドリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

リトドリン塩酸塩錠

Ritodrine Hydrochloride Tablets
塩酸リトドリン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するリトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl：323.81）を含む．

製　法　本品は「リトドリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得たろ液 10 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 9 mL を加え，完全に崩壊するまで振り混ぜた後，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL とする．孔径 0.45 μm のメンブランフィルターを用いてろ過し，ろ液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（3 → 10000）
試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にリトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）約 5.6 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 80 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリトドリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のリトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 80 μL につき，上記の条件で試験をするとき，リトドリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 80 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リトドリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 150 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする．ガラスろ過器（G4）でろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 30 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし正確に 50 mL とする．この液 30 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 4$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 6.6 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水 700 mL に溶かした後，メタノール 300 mL を加える．この液にリン酸を加え，pH 3.0 に調整する．

流量：リトドリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

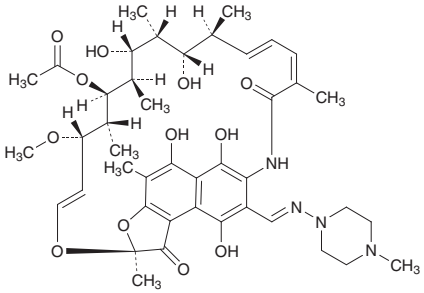
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リファンピシン

Rifampicin



$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$：822.94

(2*S*,12*Z*,14*E*,16*S*,17*S*,18*R*,19*R*,20*R*,21*S*,22*R*,23*S*,24*E*)-5,6,9,17,19-Pentahydroxy-23-methoxy-2,4,12,16,18,20,22-heptamethyl-8-(4-methylpiperazin-1-yliminomethyl)-1,11-dioxo-1,2-dihydro-2,7-(epoxypentadeca[1,11,13]trienimino)naphtho[2,1-*b*]furan-21-yl acetate　[*13292-46-1*]

本品は，*Streptomyces mediterranei* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 970 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，リファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品はだいだい赤色～赤褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）5 mL に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は，試料溶液及び標準溶液を調製後，速やかに行う．本品 0.10 g をアセトニトリル 50 mL に溶かし，原液とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に，原液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約 0.7 のピーク面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．また，試料溶液のリファンピシン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積より大きくなく，かつそれらのピークの合計面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 3.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリファンピシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 50 μL から得られたリファ

ンピシンのピーク面積が，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びリファンピシン標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリファンピシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

リファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：リファンピシン標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：クエン酸一水和物 4.2 g 及び過塩素酸ナトリウム 1.4 g を水/アセトニトリル/pH 3.1 のリン酸塩緩衝液混液（11：7：2）1000 mL に溶かす．

流量：リファンピシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：リファンピシンのアセトニトリル溶液（1 → 5000）5 mL にパラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 5000）1 mL を加えた後，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

リファンピシンカプセル
Rifampicin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 105.0 % に対応するリファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$：822.94）を含む．

製 法 本品は「リファンピシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，よく混和し，必要ならば粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」20 mg（力価）に対応する量をメタノール 100 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 5 mL に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 234 ～ 238 nm，252 ～ 256 nm，331 ～ 335 nm 及び 472 ～ 476 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本操作は，試料溶液及び標準溶液を調製後速やかに行う．本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約 0.5 のキノン体及び約 1.2 の *N*–オキシド体の量は，それぞれ 4.0 % 以下及び 1.5 % 以下である．また，上記のピーク以外の各々の類縁物質の量は 1.0 % 以下であり，それらの類縁物質の総量は 2.0 % 以下である．ただし，キノン体及び *N*–オキシドのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 1.24 及び 1.16 を乗じた値とする．

キノン体の量（mg）$= (W_S / W_T) \times (A_{Ta} / A_S) \times 2.48$

N–オキシドの量（mg）$= (W_S / W_T) \times (A_{Tb} / A_S) \times 2.32$

その他の個々の類縁物質の量（mg）
$= (W_S / W_T) \times (A_{Ti} / A_S) \times 2$

W_S：リファンピシン標準品の秤取量［mg(力価)］
W_T：本品の秤取量［mg(力価)］
A_S：標準溶液のピーク面積
A_{Ta}：キノン体のピーク面積
A_{Tb}：*N*–オキシドのピーク面積
A_{Ti}：その他の個々の類縁物質のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 2.1 g，クエン酸一水和物 6.5 g 及びリン酸二水素カリウム 2.3 g を水 1100 mL に溶かし，アセトニトリル 900 mL を加える．

流量：リファンピシンの保持時間が約 12 分になるように

調整する．

面積測定範囲：リファンピシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たリファンピシンのピーク面積が標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，リファンピシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2500 段以上，4.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」約 75 mg（力価）に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.6 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かした液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約 30 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）20 mL に溶かし，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.6 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かした液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリファンピシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

リファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (5 / 2)$

W_S：リファンピシン標準品の秤取量［mg（力価）］

試験条件

「リファンピシン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：リファンピシン標準品 30 mg（力価）をアセトニトリル/メタノール混液（1：1）20 mL に溶かし，アセトニトリルを加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル/メタノール混液（1：1）溶液（1 → 5000）2 mL を加えた後，クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.6 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かした液を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

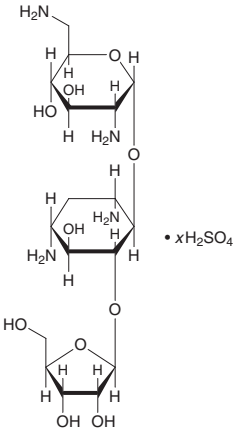
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

リボスタマイシン硫酸塩

Ribostamycin Sulfate

硫酸リボスタマイシン



$C_{17}H_{34}N_4O_{10} \cdot xH_2SO_4$

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

［*53797-35-6*］

本品は，*Streptomyces ribosidificus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 680 ～ 780 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，リボスタマイシン（$C_{17}H_{34}N_4O_{10}$：454.47）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 20 mg を pH 6.0 のリン酸塩緩衝液 2 mL に溶かし，ニンヒドリン試液 1 mL を加えて煮沸するとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品及びリボスタマイシン硫酸塩標準品 0.12 g ずつを水 20 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た

主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 5）2 mL に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度 〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：＋42 ～ ＋49°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明～微黄色澄明である．

（2） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素 〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.12 g を水に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法 〈*4.02*〉 の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液 リボスタマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ 以下に保存し，20 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

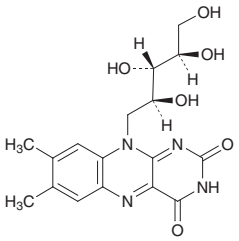
（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

リボフラビン

Riboflavin

ビタミン B_2



$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36

7,8-Dimethyl-10-[(2*S*,3*S*,4*R*)-2,3,4,5-tetrahydroxypentyl]benzo[*g*]pteridine-2,4(3*H*,10*H*)-dione

[*83-88-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）98.0 % 以上を含む．

性状 本品は黄色～だいだい黄色の結晶で，わずかににおいがある．

本品は水に極めて溶けにくく，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は光によって分解する．

融点：約 290 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，20 ～ 40 ℃ で 10 ～ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後，酢酸（31）0.5 mL を加えて酸性とし，クロロホルム 5 mL を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリボフラビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度 〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：－128 ～ －142° 本品を乾燥後，その約 0.1 g を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液 4 mL を正確に加えて溶かし，新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えた後，よく振り混ぜながら無アルデヒドエタノール 4 mL を正確に加え，更に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 20 mL とし，30 分以内に層長 100 mm で測定する．

純度試験 ルミフラビン 本品 25 mg にエタノール不含クロロホルム 10 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過する．ろ液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 2.0 mL に水を加えて 1000 mL とする．

乾燥減量 〈*2.41*〉 1.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 445 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定した後，亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液 5 mL につき 0.02 g の割合で加え，振り混ぜて脱色し，直ちにこれらの液の吸光度 A_T' 及び A_S' を測定する．

リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量（mg）
$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\}$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

リボフラビン散

Riboflavin Powder
ビタミン B_2 散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応するリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36）を含む．

製 法 本品は「リボフラビン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「リボフラビン」1 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加えて振り混ぜてろ過し，ろ液につき，「リボフラビン」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

純度試験 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）約 15 mg に対応する量を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，時々振り混ぜながら 30 分間加温して抽出する．冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，ガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「リボフラビン」の定量法を準用する．

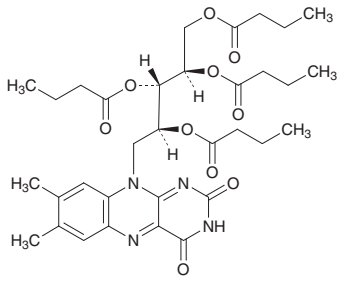
リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量（mg）
$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\}$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

リボフラビン酪酸エステル

Riboflavin Butyrate
ビタミン B_2 酪酸エステル
酪酸リボフラビン



$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$：656.72
(2*R*,3*S*,4*S*)−5−(7,8−Dimethyl−2,4−dioxo−3,4−dihydrobenzo[*g*]pteridin−10(2*H*)−yl)pentan−1,2,3,4−tetrayl tetrabutanoate ［*752−56−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，リボフラビン酪酸エステル（$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品はだいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はメタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で，強い帯黄緑色の蛍光を発し，この蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を加えるとき消える．

（2） 本品 0.01 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム溶液（3 → 20）/塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（3 → 20）混液（1：1）2 mL を加え，よく振り混ぜた後，塩酸 0.8 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.5 mL を加え，更にエタノール（95）8 mL を加えるとき，液は濃赤褐色を呈する．

（3） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点 〈*2.60*〉 146 ～ 150 ℃

純度試験

（1） 塩化物 本品 2.0 g をメタノール 10 mL に溶かし，希硝酸 24 mL 及び水を加えて 100 mL とする．よく振り混ぜ 10 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：試料溶液 25 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え，10 分間放置した後，ろ過する．沈殿を水 5 mL で 4 回洗い，洗液はろ液に合わせ，0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及び水を加えて 50 mL とし，更に水 1 mL を追加して混和する（0.021 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 遊離酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，振り混ぜてろ過する．ろ液 25 mL をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/2-プロパノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（2 → 75）150 mL に加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 445 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

リボフラビン酪酸エステル（$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.7449 \times (1 / 2)$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

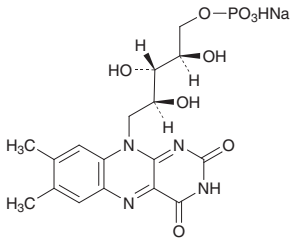
リボフラビンリン酸エステルナトリウム

Riboflavin Sodium Phosphate

ビタミン B_2 リン酸エステル

リン酸リボフラビン

リン酸リボフラビンナトリウム



$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$：478.33

Monosodium (2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-trihydroxypentyl monohydrogenphosphate ［*130-40-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リボフラビンリン酸エステルナトリウム（$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$）92.0 % 以上を含む．

性　状 本品は黄色～だいだい黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はやや苦い．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95），クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって分解する．

本品は極めて吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，20 ～ 40 ℃ で 10 ～ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後，酢酸（31）0.5 mL を加えて酸性とし，クロロホルム 5 mL を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.05 g に硝酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に強熱する．残留物に薄めた硝酸（1 → 50）10 mL を加えて 5 分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過するとき，液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+38 ～ +43°（脱水物に換算したもの 0.3 g，5 mol/L 塩酸試液，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色～だいだい黄色澄明である．

（2） ルミフラビン　本品 35 mg にエタノール不含クロロホルム 10 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過する．ろ液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 3.0 mL に水を加えて 1000 mL とする．

（3） 遊離リン酸　本品約 0.4 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1–アミノ–2–ナフトール–4–スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ，水を加えて 25 mL とし，20±1℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 1.5 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 257.8$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

水　分〈2.48〉　水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）25 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に本品約 0.1 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，10 分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は 10.0 % 以下である．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.1 g を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 500）に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 500）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105℃ で 2 時間乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 445 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定した後，亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液 5 mL につき 0.02 g の割合で加え，振り混ぜて脱色し，直ちにこれらの液の吸光度 A_T' 及び A_S' を測定する．

リボフラビンリン酸エステルナトリウム（$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$）の量（mg）
$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\} \times 1.2709 \times 5$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液

Riboflavin Sodium Phosphate Injection

ビタミン B_2 リン酸エステル注射液

リン酸リボフラビン注射液

リン酸リボフラビンナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 120 % に対応するリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36）を含む．

本品の濃度はリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量で表示する．

製　法　本品は「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「リボフラビン」1 mg に対応する容量をとり，水を加えて 100 mL とし，この液につき，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「リボフラビン」0.05 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験（4）を準用する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）約 15 mg に対応する容量を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 500）を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．以下，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の定量法を準用する．

リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量（mg）
$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\}$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯　法

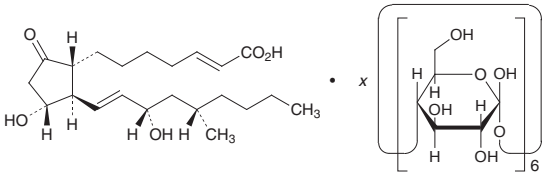
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

リマプロスト　アルファデクス

Limaprost Alfadex

リマプロストアルファデクス



$C_{22}H_{36}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

(2*E*)-7-{(1*R*,2*R*,3*R*)-3-Hydroxy-2-[(1*E*,3*S*,5*S*)-3-hydroxy-5-methylnon-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl}hept-2-enoic acid—α-cyclodextrin [*100459-01-6*（リマプロスト：アルファデクス＝ 1：1 包接化合物）]

本品はリマプロストの α-シクロデキストリン包接化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リマプロスト（$C_{22}H_{36}O_5$：380.52）2.8 ～ 3.2 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，酢酸エチルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 20 mg を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液（1）とする．別に本品 20 mg に酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとり，試料溶液（2）とする．これらの液につき，溶媒を減圧で留去し，残留物に硫酸 2 mL を加えて 5 分間振り混ぜるとき，試料溶液（1）から得た液はだいだい黄色を呈するが試料溶液（2）から得た液は呈しない．

（2）　本品 20 mg を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，溶媒を減圧で留去する．残留物をエタノール（95）2 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 5 mL を加え，氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール（95）溶液（17 → 100）5 mL を加えた後，氷冷して暗所に 20 分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品 50 mg にヨウ素試液 1 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，放置するとき，暗青色の沈殿を生じる．

（4）　本品の希エタノール溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，200 ～ 400 nm に吸収の極大を認めない．また，この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+125 ～ +135°（脱水物に換算したもの 0.1 g，希エタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　試料溶液は調製後，速やかに試験を行う．本品 0.10 g を水 2 mL に溶かし，エタノール（95）1 mL を加え，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）3 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）3 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリマプロストに対する相対保持時間約 1.1 の 17-エピ体及び相対保持時間約 2.1 の 11-デオキシ体のピーク面積は，標準溶液（2）のリマプロストのピーク面積より大きくなく，主ピーク及びこれら以外の個々のピーク面積は標準溶液（2）のリマプロストのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，試料溶液のリマプロスト以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）のリマプロストのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリマプロストの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 3 μL から得たリマプロストのピーク面積が，標準溶液（1）から得たリマプロストのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液（1）3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リマプロストのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　6.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法　本品約 0.1 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にリマプロスト標準品約 3 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の試験条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リマプロスト（$C_{22}H_{36}O_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：リマプロスト標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/液体ク

ロマトグラフィー用アセトニトリル/液体クロマトグラフィー用 2-プロパノール混液（9：5：2）

流量：リマプロストの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リマプロストの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，−10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

硫酸亜鉛水和物

Zinc Sulfate Hydrate

硫酸亜鉛

$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58

本品は定量するとき，硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）99.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，収れん性で特異な味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 6.0 である．

本品は乾燥空気中で風解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）は亜鉛塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし，メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　重金属　本品 1.0 g をネスラー管にとり，水 10 mL に溶かし，シアン化カリウム試液 20 mL を加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 2 滴を加え，5 分後に白紙を背景として上方から観察するとき，次の比較液より濃くない．

比較液：鉛標準液 1.0 mL に水 10 mL 及びシアン化カリウム試液 20 mL を加えてよく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 2 滴を加える（10 ppm 以下）．

（3）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 2.0 g を水 150 mL に溶かし，硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ，水を加えて正確に 200 mL としてよく振り混ぜ，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 100 mL を正確に量り，蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残留物は 5.0 mg 以下である．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，水に溶かし正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 100 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

＝ 2.876 mg $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

硫酸亜鉛点眼液

Zinc Sulfate Ophthalmic Solution

本品は定量するとき，硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58）0.27 ～ 0.33 w/v% を含む．

製　法

硫酸亜鉛水和物	3 g
ホウ酸	20 g
塩化ナトリウム	5 g
ウイキョウ油	2 mL
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品はホウ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 25 mL を正確に量り，水 100 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

＝ 2.876 mg $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

乾燥硫酸アルミニウムカリウム

Dried Aluminum Potassium Sulfate

焼ミョウバン

$AlK(SO_4)_2$：258.21

本品を乾燥したものは定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム〔$AlK(SO_4)_2$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の塊又は粉末で，においはなく，味はやや甘く，収れん性がある．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶

けない．

本品は水に徐々に溶ける．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉，カリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（3）及び（4）並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 水不溶物 本品 2.0 g に水 40 mL を加え，しばしば振り混ぜた後，48 時間放置し，不溶物をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 50 mg 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g を水 45 mL に溶かし，必要ならばろ過し，これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（3） 鉄〈*1.10*〉 本品 0.54 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（37 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（2 g，200 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.2 g を精密に量り，水 80 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 20 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．必要ならばろ過し，初めのろ液 30 mL を除き，次のろ液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 12.91 mg $AlK(SO_4)_2$

貯 法 容 器 気密容器．

硫酸アルミニウムカリウム水和物

Aluminum Potassium Sulfate Hydrate

ミョウバン

硫酸アルミニウムカリウム

$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：474.39

本品は定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム水和物〔$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$〕99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は無色～白色の結晶又は粉末で，においはなく，味はやや甘く，強い収れん性がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉，カリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（3）及び（4）並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 鉄〈*1.10*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.6 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（3.3 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 4.5 g を精密に量り，水に溶かし正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 23.72 mg $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

硫酸カリウム

Potassium Sulfate

K_2SO_4：174.26

本品を乾燥したものは定量するとき，硫酸カリウム（K_2SO_4）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，わずかに塩味及び苦味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はカリウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状及び液性 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ナトリウム 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水 200 mL 及び塩酸 1.0 mL を加えて煮沸し，熱塩化バリウム試液 8 mL を徐々に加える．この混液を水浴上で 1 時間加熱した後，沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，乾燥し，徐々に温度を上げ 500 ～ 600 ℃ で恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．

硫酸カリウム（K_2SO_4）の量（mg）
= 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.7466

貯 法 容 器 密閉容器．

硫酸鉄水和物

Ferrous Sulfate Hydrate
硫酸鉄

$FeSO_4 \cdot 7H_2O$：278.01

本品は定量するとき，硫酸鉄水和物（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）98.0 ～ 104.0 % を含む．

性 状 本品は淡緑色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は収れん性である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中で風解しやすく，湿った空気中で結晶の表面が黄褐色となる．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）は第一鉄塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL 及び希硫酸 1 mL を加えて溶かすとき，液は澄明である．

（2） 酸 本品を粉末とし，その 5.0 g にエタノール（95）50 mL を加え，2 分間よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL に水 50 mL，ブロモチモールブルー試液 3 滴及び希水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は青色である．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を磁製皿にとり，王水 3 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし，分液漏斗に移す．磁製皿を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，ジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回，次にジエチルエーテル 20 mL で振り混ぜた後，静置し，分離したジエチルエーテル層を除く．水層に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g を加えて溶かし，水浴上で 10 分間加熱し，冷後，アンモニア水（28）を滴加して液の pH を 3 ～ 4 に調整した後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は磁製皿に鉛標準液 2.5 mL を入れ，王水 3 mL を加え，以下同様に操作する（25 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 0.7 g を精密に量り，水 20 mL 及び希硫酸 20 mL を加えて溶かし，リン酸 2 mL を加え，直ちに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL
= 27.80 mg $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

硫酸バリウム

Barium Sulfate

$BaSO_4$：233.39

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は塩酸，硝酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g をるつぼにとり，無水炭酸ナトリウム及び炭酸カリウムそれぞれ 2 g を加えてよく混ぜ，加熱して融解し，冷後，熱湯を加え，かき混ぜてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性とした液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） （1）の熱湯不溶物を水で洗った後，酢酸（31）2 mL に溶かし，必要ならばろ過する．この液はバリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 液性 本品 1.0 g に水 20 mL を加え，5 分間振り混ぜるとき，液は中性である．

（2） リン酸塩 本品 1.0 g に硝酸 3 mL 及び水 5 mL を加えて 5 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，希硝酸で洗ったろ紙でろ過し，ろ液に等容量の七モリブデン酸六アンモニウム試液を加え，50 ～ 60 ℃ で 1 時間放置するとき，黄色の沈殿を生じない．

（3） 硫化物 本品 10 g を 250 mL の三角フラスコにとり，希塩酸 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，10 分間煮沸するとき，発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変しない．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 5.0 g に酢酸（100）2.5 mL 及び水 50 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，アンモニア試液 0.5 mL 及び水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に酢酸（100）1.25 mL，アンモニア試液 0.25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（6） 塩酸可溶物及び可溶性バリウム塩 （3）の液を冷却し，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固する．これに塩酸 2 滴及び温湯 10 mL を加え，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，温湯 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で再び蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 15 mg 以下である．残留物のある場合は，これに水 10 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液に希硫酸 0.5 mL を加え，30 分間

放置するとき，液は混濁しない．

貯　法　容　　器　密閉容器．

硫酸マグネシウム水和物

Magnesium Sulfate Hydrate

硫酸マグネシウム

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47

本品を強熱したものは定量するとき，硫酸マグネシウム（$MgSO_4$：120.37）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶で，味は苦く，清涼味及び塩味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験　本品の水溶液（1 → 40）はマグネシウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 8.2 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　亜鉛　本品 2.0 g を水 20 mL に溶かし，酢酸（31）1 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（5）　カルシウム　本品 1.0 g に希塩酸 5.0 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とし，試料溶液とする．別に本品 1.0 g をとり，カルシウム標準液 2.0 mL，希塩酸 5.0 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は $A_S - A_T$ より小さい（0.02 % 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉　45.0 ～ 52.0 %（1 g，105 ℃ で 2 時間乾燥後，450 ℃ で 3 時間強熱）．

定 量 法　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥後，450 ℃ で 3 時間強熱し，その約 0.6 g を精密に量り，希塩酸 2 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 6.018 mg $MgSO_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

硫酸マグネシウム水

Magnesium Sulfate Mixture

本品は定量するとき，硫酸マグネシウム水和物（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47）13.5 ～ 16.5 w/v% を含む．

製　法

硫酸マグネシウム水和物	150 g
苦味チンキ	20 mL
希塩酸	5 mL
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，用時製する．

性　状　本品は淡黄色澄明の液で，酸味と苦味がある．

確認試験

（1）　本品はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 12.32 mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

硫酸マグネシウム注射液

Magnesium Sulfate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する硫酸マグネシウム七水和物（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47）を含む．

製　法　本品は「硫酸マグネシウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「硫酸マグネシウム水和物」0.5 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とした液はマグネシウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　5.5 ～ 7.0．ただし，表示濃度が 5 % を超えると

きは，水を用いて 5 % 溶液とし，この液につき，試験を行う．

エンドトキシン〈4.01〉 0.09 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の硫酸マグネシウム七水和物（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）約 0.3 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて 75 mL とし，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，以下「硫酸マグネシウム水和物」の定量法を準用する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 12.32 mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

リンゲル液
Ringer's Solution

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩素〔(Cl：35.45）として〕0.53 ～ 0.58 w/v% 及び塩化カルシウム水和物（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$：147.01）0.030 ～ 0.036 w/v% を含む．

製 法

塩化ナトリウム	8.6 g
塩化カリウム	0.3 g
塩化カルシウム水和物	0.33 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

確認試験

（1） 本品 10 mL を濃縮して 5 mL とした液は，カリウム塩及びカルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 5.0 ～ 7.5

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 100 mL を水浴上で濃縮して約 40 mL とし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.3 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 20 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（0.1 ppm 以下）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） 塩素 本品 20 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）．

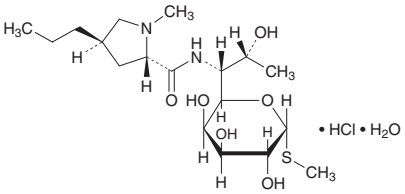
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.545 mg Cl

（2） 塩化カルシウム水和物 本品 50 mL を正確に量り，8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL 及び NN 指示薬 0.05 g を加え，直ちに 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 1.470 mg $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

リンコマイシン塩酸塩水和物
Lincomycin Hydrochloride Hydrate
塩酸リンコマイシン
リンコマイシン塩酸塩



$C_{18}H_{34}N_2O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$：461.01

Methyl 6,8-dideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-D-*erythro*-α-D-*galacto*-octopyranoside monohydrochloride monohydrate
[*7179-49-9*]

本品は，*Streptomyces lincolnensis* var. *lincolnensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 825 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，リンコマイシン（$C_{18}H_{34}N_2O_6S$：406.54）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+135 ～ +150°（0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 1 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（3） リンコマイシン B　定量法の試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，リンコマイシンのピーク面積及びリンコマイシンに対する相対保持時間が約 0.5 のリンコマイシン B のピーク面積を自動積分法により測定するとき，リンコマイシン B のピーク面積は，リンコマイシン及びリンコマイシン B の合計面積の 5.0 % 以下である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たリンコマイシンのピーク面積が試料溶液のリンコマイシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 6.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びリンコマイシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリンコマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

リンコマイシン（$C_{18}H_{34}N_2O_6S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：46 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 13.5 mL に水 1000 mL を加え，アンモニア試液を加えて pH を 6.0 に調整する．この液 780 mL にアセトニトリル 150 mL 及びメタノール 150 mL を加える．

流量：リンコマイシンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，リンコマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リンコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

無水リン酸水素カルシウム

Anhydrous Dibasic Calcium Phosphate

無水第二リン酸カルシウム

$CaHPO_4$：136.06

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸水素カルシウム（$CaHPO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた塩酸（1 → 6）10 mL を加え，加温して溶かし，アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし，70 ℃ で 1 ～ 2 分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸不溶物　本品 5.0 g に水 40 mL 及び塩酸 10 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は 2.5 mg 以下である（0.05 % 以下）．

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品 0.20 g に水 20 mL 及び希硝酸 13 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.248 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.80 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて加温して溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．ろ液 30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.200 % 以下）．

（4） 炭酸塩　本品 1.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ，直ちに塩酸 2 mL を加えるとき，液は泡立たない．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（31 ppm 以下）．

（6） バリウム　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて加熱し，

かき混ぜながら塩酸 1 mL を滴加して溶かし，必要ならばろ過し，硫酸カリウム試液 2 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，200 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，希塩酸 12 mL に溶かし，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg）．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.721 mg $CaHPO_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

リン酸水素カルシウム水和物

Dibasic Calcium Phosphate Hydrate
第二リン酸カルシウム
リン酸水素カルシウム

$CaHPO_4 \cdot 2H_2O$：172.09

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸水素カルシウム（$CaHPO_4$：136.06）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた塩酸（1 → 6）10 mL を加え，加温して溶かし，アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし，70 ℃ で 1 ～ 2 分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品 5.0 g に水 40 mL 及び塩酸 10 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は 2.5 mg 以下である（0.05 % 以下）．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.20 g に水 20 mL 及び希硝酸 13 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.248 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて加温して溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．ろ液 30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.160 % 以下）．

（4） 炭酸塩 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ，直ちに塩酸 2 mL を加えるとき，液は泡立たない．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（31 ppm 以下）．

（6） バリウム 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて加熱し，かき混ぜながら塩酸 1 mL を滴加して溶かし，必要ならばろ過し，硫酸カリウム試液 2 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 19.5 ～ 22.0 %（1 g，200 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，希塩酸 12 mL に溶かし，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg）．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.721 mg $CaHPO_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

リン酸水素ナトリウム水和物

Dibasic Sodium Phosphate Hydrate
リン酸水素ナトリウム
リン酸ナトリウム

$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$：358.14

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸水素ナトリウム（Na_2HPO_4：141.96）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色又は白色の結晶で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）並びにリン酸塩の定性反応

〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 9.0 ～ 9.4 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に希硝酸 7 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g に希塩酸 2 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4） 炭酸塩 本品 2.0 g に水 5 mL を加え煮沸し，冷後，塩酸 2 mL を加えるとき，液は泡立たない．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g に酢酸（31）4 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 57.0 ～ 61.0 %（10 g，初め 40 ℃ で 3 時間，次に 105 ℃ で 5 時間乾燥する）．

定量法 本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，15 ℃ に保ち，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルオレンジ・キシレンシアノール FF 試液 3 ～ 4 滴）．ただし，滴定の終点は液の色が緑色から暗い緑みの赤紫色に変わるときとする．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 142.0 mg Na_2HPO_4

貯法 容器 気密容器．

リン酸二水素カルシウム水和物

Monobasic Calcium Phosphate Hydrate

第一リン酸カルシウム

リン酸二水素カルシウム

$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$：252.07

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸二水素カルシウム水和物〔$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$〕90.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

本品はやや潮解性である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた塩酸（1 → 6）10 mL を加え，加温して溶かし，アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし，70 ℃ で 1 ～ 2 分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g に水 19 mL 及び薄めた塩酸（3 → 4）2 mL を加え，水浴中で時々振り混ぜ 5 分間加熱するとき，液は無色澄明である．

（2） リン酸水素塩及び酸 本品 1.0 g に水 3 mL を加えてすり混ぜ，更に水 100 mL を加え，メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．更に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は黄色に変わる．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希硝酸 12 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.018 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 1 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（31 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（1 g，シリカゲル，24 時間）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，希塩酸 3 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg）．同様の方法で空試験を行う．

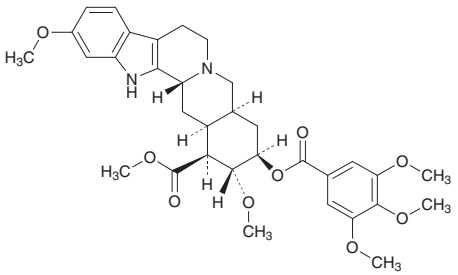
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 5.041 mg $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$

貯法 容器 気密容器．

レセルピン

Reserpine



$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68

Methyl (3*S*,16*S*,17*R*,18*R*,20*R*)-11,17-dimethoxy-18-(3,4,5-trimethoxybenzoyloxy)yohimban-16-carboxylate

[*50-55-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 1 mg にバニリン・塩酸試液 1 mL を加えて加温するとき，液はあざやかな赤紫色を呈する．

（2）　本品のアセトニトリル溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレセルピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したレセルピン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−114 ～ −127°（乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のレセルピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のレセルピンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（13：7）

流量：レセルピンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：レセルピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たレセルピンのピーク面積が，標準溶液のレセルピンのピーク面積の 3 ～ 5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01 g 及びパラオキシ安息香酸ブチル 4 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 5 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，定量法の試験条件で操作するとき，レセルピン，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，レセルピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.2 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.2 g）．

定量法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びレセルピン標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，次いでアセトニトリル 5 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（11：9）

流量：レセルピンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，レセルピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

レセルピン散 0.1%

0.1%　Reserpine Powder
レセルピン散

本品は定量するとき，レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68）0.09 ～ 0.11 % を含む．

製　法

レセルピン	1 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 0.4 g をとり，アセトニトリル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，この上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 265 ～ 269 nm 及び 294 ～ 298 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，水 12 mL を加えて分散し，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 10 mL を加え，50 ℃ で 15 分間加温して溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 5 mL を加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

レセルピン錠

Reserpine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68）を含む．

製　法　本品は「レセルピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「レセルピン」0.4 mg に対応する量をとり，アセトニトリル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，この上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 265 ～ 269 nm 及び 294 ～ 298 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 1 個をとり，水 2 mL を加え，振り混ぜながら 50 ℃ で 15 分間加温して崩壊させる．冷後，本品の表示量に従いレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）0.1 mg 当たり内標準溶液 2 mL を正確に加え，次いでアセトニトリル 2 mL を加え，50 ℃ で 15 分間振り混ぜながら加温し，冷後，水を加えて 10 mL とする．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 5 mL を加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (C / 10)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の表示量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 の薄めた希酢酸（1 → 200）溶液（1 → 20000）500 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，表示量の 100 倍量を精密に量り，クロロホルム 1 mL 及びエタノール（95）80 mL を加えて溶かし，ポリソルベート 80 の薄めた希酢酸（1 → 200）溶液（1 → 20000）を加えて正確に 200 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，ポリソルベート 80 の薄めた希酢酸（1 → 200）溶液（1 → 20000）を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓試験管 T 及び S に入れ，エタノール（99.5）5 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，薄めた酸化バナジウム（V）試液（1 → 2）1 mL ずつを正確に加え，激しく振り混ぜ，30 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起の波長 400 nm，蛍光の波長 500 nm における蛍光の強さ F_T 及び F_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (F_T / F_S) \times (1 / C)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の表示量（mg）

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，水 3 mL を加え，50 ℃ で 15 分間振り混ぜながら加温する．冷後，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次いでアセトニトリル 10 mL を加え，更に 50 ℃ で 15 分間振り混ぜながら加温する．冷後，水を加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 5 mL を加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

レセルピン注射液
Reserpine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68）を含む．

製　法　本品は「レセルピン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：2.5 ～ 4.0

確認試験　本品の表示量に従い「レセルピン」1.5 mg に対応する容量をとり，ジエチルエーテル 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水層をとる．必要ならば更にジエチルエーテル 10 mL を加え，10 分間振り混ぜる操作を繰り返す．水層に水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 265 ～ 269 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

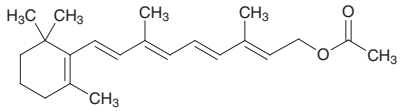
定 量 法　本品のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）約 4 mg に対応する容量を正確に量り，別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 4 mg を精密に量り，それぞれを分液漏斗に入れ，水 10 mL 及びアンモニア試液 5 mL を加え，クロロホルム 20 mL で 1 回，次に 10 mL ずつで 3 回，それぞれ激しく振り混ぜて抽出し，全抽出液を合わせる．このクロロホルム抽出液を薄めた塩酸（1 → 1000）50 mL ずつで 2 回洗い，洗液を合わせる．次に炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）50 mL ずつで 2 回洗い，洗液を合わせる．それぞれ合わせた洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，各クロロホルム抽出液は初めのクロロホルム抽出液に合わせ，クロロホルムで潤した少量の脱脂綿を用いて 100 mL のメスフラスコ中にろ過し，クロロホルム少量で洗い，クロロホルムを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

レチノール酢酸エステル
Retinol Acetate
酢酸レチノール
ビタミン A 酢酸エステル



$C_{22}H_{32}O_2$：328.49
(2*E*,4*E*,6*E*,8*E*)-3,7-Dimethyl-9-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)nona-2,4,6,8-tetraen-1-yl acetate ［*127-47-9*］

本品は合成レチノール酢酸エステル又は合成レチノール酢酸エステルに植物油を加えたものである．

本品は 1 g につきビタミン A 250 万単位以上を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

本品は定量するとき，表示単位の 95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は微黄色～黄赤色の結晶又は軟膏よう物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品は石油エーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品及びレチノール酢酸エステル標準品 15000 単位ずつに対応する量を量り，それぞれを石油エーテル 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液（12：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化ア

ンチモン（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 酸価〈1.13〉 2.0 以下．ただし，本品 5.0 g を正確に量り，試験を行う．

（2） 過酸化物　本品約 5 g を精密に量り，250 mL の共栓付三角フラスコ中で酢酸（100）/イソオクタン混液（3：2）50 mL を加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に窒素約 600 mL を穏やかに通気し，フラスコ内の空気を置換する．更に窒素を通気しながら，飽和ヨウ化カリウム試液 0.1 mL を加え，直ちに密栓し，1 分間連続して円を描くように振り混ぜる．水 30 mL を加えて密栓した後，5 ～ 10 秒間激しく振り混ぜる．この液につき，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで微黄色になったとき，デンプン試液 0.5 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，10 meq/kg 以下である．

過酸化物の量（meq/kg）$= (V / W) \times 10$

V：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
W：本品の秤取量（g）

定 量 法　ビタミン A 定量法〈2.55〉の第 1 法−1 により試験を行う．

貯　法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

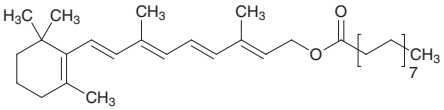
容　　器　気密容器．

レチノールパルミチン酸エステル

Retinol Palmitate

パルミチン酸レチノール

ビタミン A パルミチン酸エステル



$C_{36}H_{60}O_2$：524.86

(2*E*, 4*E*, 6*E*, 8*E*)−3, 7−Dimethyl−9−(2, 6, 6−trimethylcyclohex−1−en−1−yl)nona−2, 4, 6, 8−tetraen−1−yl palmitate ［*79−81−2*］

本品は合成レチノールパルミチン酸エステル又は合成レチノールパルミチン酸エステルに植物油を加えたもので，1 g につきビタミン A 150 万単位以上を含む．本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

本品は定量するとき，表示単位の 95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄赤色の固体油脂状又は油状の物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品は石油エーテルに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ 15000 単位に相当する量をとり，それぞれを石油エーテル 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液（12：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1）酸価〈1.13〉 2.0 以下．ただし，本品 5.0 g を正確に量り，試験を行う．

（2） 過酸化物　本品約 5 g を精密に量り，250 mL の共栓付三角フラスコ中で酢酸（100）/イソオクタン混液（3：2）50 mL を加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に窒素約 600 mL を穏やかに通気し，フラスコ内の空気を置換する．更に窒素を通気しながら，飽和ヨウ化カリウム試液 0.1 mL を加え，直ちに密栓し，1 分間連続して円を描くように振り混ぜる．水 30 mL を加えて密栓した後，5 ～ 10 秒間激しく振り混ぜる．この液につき，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで微黄色になったとき，デンプン試液 0.5 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，10 meq/kg 以下である．

過酸化物の量（meq/kg）$= (V / W) \times 10$

V：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
W：本品の秤取量（g）

定 量 法　ビタミン A 定量法〈2.55〉の第 1 法−1 により試験を行う．

貯　法

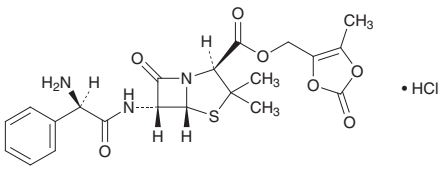
保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

レナンピシリン塩酸塩

Lenampicillin Hydrochloride

塩酸レナンピシリン



$C_{21}H_{23}N_3O_7S \cdot HCl$：497.95

5-Methyl-2-oxo[1,3]dioxol-4-ylmethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride ［*80734-02-7*］

本品はアンピシリンのメチルオキソジオキソレニルメチルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり 653 ～ 709 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレナンピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL に希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋174 ～ ＋194°（脱水及び脱残留溶媒物に換算したもの 0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　遊離アンピシリン　本品約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，試料溶液調製後直ちに，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対するアンピシリンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．次式によりアンピシリンの量を求めるとき，1.0 % 以下である．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　無水カフェインの移動相溶液（1 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.22 g をとり，水に溶かして 900 mL とし，これにアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：アンピシリンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するアンピシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は 5 % 以下である．

（4）　ペニシロ酸　本品約 0.1 g を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，pH 4.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，遮光して正確に 15 分間放置した後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸（$C_{16}H_{21}N_3O_5S$：367.42）の量は 3.0 % 以下である．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

= 0.45 mg $C_{16}H_{21}N_3O_5S$

（5）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約 0.25 g を精密に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 5 mL とし，試料溶液とする．別に 2-プロパノール約 80 mg 及び酢酸エチル約 0.12 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL 及び 3 mL を正確に量り，それぞれに内標準溶液 1 mL を正確に加え，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 5 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）4 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク高さに対する 2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb}，標準溶液（1）の内標準物質のピーク高さに対する 2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比 Q_{Sa1} 及び Q_{Sb1} 並びに標準溶液（2）の内標準物質のピーク高さに対する 2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比 Q_{Sa2} 及び Q_{Sb2} を求める．次式により 2-プロパノ

ールの量及び酢酸エチルの量を求めるとき，それぞれ 0.7 % 以下及び 1.7 % 以下である．

2–プロパノールの量（%）
$= (W_{Sa} / W_T) \times \{(2Q_{Ta} - 3Q_{Sa1} + Q_{Sa2}) / (Q_{Sa2} - Q_{Sa1})\}$
酢酸エチルの量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times \{(2Q_{Tb} - 3Q_{Sb1} + Q_{Sb2}) / (Q_{Sb2} - Q_{Sb1})\}$

W_{Sa}：2–プロパノールの秤取量（g）
W_{Sb}：酢酸エチルの秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　シクロヘキサンの *N*,*N*–ジメチルホルムアミド溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 3 m の管にガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミンを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 ～ 15 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度
注入口温度：160 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：内標準物質の保持時間が約 1 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液（2）4 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，酢酸エチル，2–プロパノールの順に流出し，内標準物質と酢酸エチルの分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液（2）4 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する酢酸エチルのピーク高さの比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉　1.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びレナンピシリン塩酸塩標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈*2.01*〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

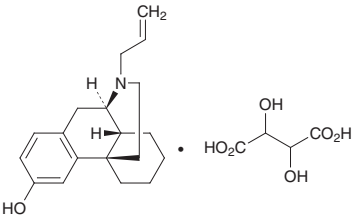
W_S：レナンピシリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アミノ安息香酸エチルの移動相溶液（1 → 4000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム 9.53 g を水に溶かして正確に 700 mL とした液に，アセトニトリルを加えて正確に 1000 mL とする．
流量：レナンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，レナンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　**容　器**　気密容器．

レバロルファン酒石酸塩

Levallorphan Tartrate
酒石酸レバロルファン



$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$：433.49
17–Allylmorphinan–3–ol monotartrate ［*71–82–9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，レバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．
本品は水又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 30）は酒石酸塩の定性反応 〈*1.09*〉 の（1）及び（2）を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−37.0 ～ −39.2°（乾燥後，0.2 g，水，10 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉　本品 0.2 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 3.8 である．

融　点〈2.60〉　174 ～ 178 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.2 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア試液混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 43.35 mg $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$

貯 法 容 器　密閉容器．

レバロルファン酒石酸塩注射液

Levallorphan Tartrate Injection

酒石酸レバロルファン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するレバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$：433.49）を含む．

製　法　本品は「レバロルファン酒石酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 4.5

確認試験　本品の表示量に従い「レバロルファン酒石酸塩」3 mg に対応する容量を正確に量り，水 5 mL 及び希塩酸 2 滴を加え，ジエチルエーテル 15 mL ずつで 5 回激しく振り混ぜて洗う．水層をとり，水浴上で加温して残存するジエチルエーテルを蒸発し，冷後，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 281 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のレバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用酒石酸レバロルファンを 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥（酸化リン（V））し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

レバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50)$

W_S：定量用酒石酸レバロルファンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチル 0.04 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL に水を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を滴加して pH を 3.0 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：レバロルファンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，レバロルファンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

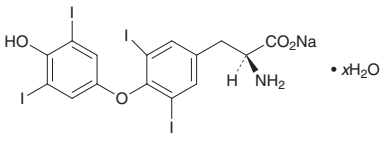
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　密封容器．

レボチロキシンナトリウム水和物

Levothyroxine Sodium Hydrate

レボチロキシンナトリウム



$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3,5-diiodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate hydrate ［*25416-65-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，レボチロキシンナトリウム（$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$：798.85）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は微黄白色～淡黄褐色の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2） 本品 0.5 mg に水/エタノール（95）/塩酸/水酸化ナトリウム試液混液（6：5：2：2）8 mL を加え，水浴中で 2 分間加温した後，冷却し，亜硝酸ナトリウム試液 0.1 mL を加え，暗所に 20 分間放置する．この液にアンモニア水（28）1.5 mL を加えるとき，液は帯黄赤色を呈する．

（3） 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を硫酸で湿らせ灰化して得られる残留物は，ナトリウム塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

旋光度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：−5 ～ −6°〔乾燥物に換算したもの 0.3 g，エタノール（95）/水酸化ナトリウム試液混液（2：1），10 mL，100 mm〕．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.3 g をエタノール（95）/水酸化ナトリウム試液混液（2：1）10 mL に加温して溶かすとき，液は微黄色～微黄褐色澄明である．

（2） 可溶性ハロゲン化物 本品 0.01 g に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水を加えて 10 mL とし，硝酸銀試液 3 滴を加え，混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え，以下同様に操作する．

（3） 類縁物質 本品 20 mg をエタノール（95）/アンモニア水（28）混液（14：1）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（14：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*−ブチルアルコール/*t*−アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2−ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1−ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外の赤紫色のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 7 ～ 11 %（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

定量法 本品約 25 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）10 mL 及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）1 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．この液に臭素・酢酸試液 1 mL を加え，栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜる．水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込み，ギ酸 0.5 mL を加え再び栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜ，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．A に窒素を十分に吹き込み，酸素と過量の臭素を追いだし，ヨウ化カリウム 0.5 g を加えて溶かし，直ちに希硫酸 3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置した後，0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 0.6657 mg $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

レボチロキシンナトリウム錠
Levothyroxine Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するレボチロキシンナトリウム（$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$：798.85）を含む．

製法 本品は「レボチロキシンナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」0.5 mg に対応する量をとり，水/エタノール（95）/塩酸/水酸化ナトリウム試液混液（6：5：2：2）8 mL を加え，水浴中で 2 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液に亜硝酸ナトリウム試液 0.1 mL を加え，暗所に 20 分間放置する．この液にアンモニア水（28）1.5 mL を加えるとき，液は帯黄赤色を呈する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」1 mg に対応する量をとり，エタノール（95）10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム 0.01 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*−ブチルアルコール/*t*−アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2−ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1−ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

純度試験 可溶性ハロゲン化物 本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」2.5 mg に対応する量をとり，水 25 mL を加えて 40 ℃ に加温した後，5 分間振り混ぜ，希硝酸 3 滴を加え，ろ過する．ろ液に硝酸銀試液 3 滴を加え，混和するとき，液の混濁は次の比較液よ

り濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に水 25 mL 及び希硝酸 3 滴を加え，以下同様に操作する．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え，50 ℃ で 15 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレボチロキシンナトリウムのピーク面積の比を求める．試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差（%）が 15 % 以内のときは適合とする．また，偏差（%）が 15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個のときは，新たに試料 20 個をとって試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差（%）を計算するとき，15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個以下で，かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする．

内標準溶液 エチニルエストラジオールのアセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 10）混液（9：1）溶液（3 → 40000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 ～ 230 nm の一定波長）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 10 ～ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/リン酸混液（1340：660：1）

流量：レボチロキシンナトリウムの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：レボチロキシンナトリウムの 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 200000）5 mL に内標準溶液 1 mL を加える．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，レボチロキシンナトリウム，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．レボチロキシンナトリウム（$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$）約 3 mg に対応する量を精密に量り，るつぼに入れ，秤取量の 2 倍量の炭酸カリウムを加えてよく混ぜる．ただし，秤取量が 4 g 以下の場合は炭酸カリウム 8 g を加えてよく混ぜる．次にるつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし，その上部に更に炭酸カリウム 10 g を加え，再びたたいて密にする．これを 675 ～ 700 ℃ で 25 分間強熱し，冷後，水 30 mL を加え，穏やかに煮沸した後，フラスコにろ過する．残留物に水 30 mL を加えて煮沸し，前のフラスコにろ過し，次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が 300 mL となるまで熱湯で洗い込む．この液に新たに製した臭素試液 7 mL 及び薄めたリン酸（1 → 2）を炭酸カリウム 1 g につき 3.5 mL の割合で徐々に加えた後，発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し，フラスコの内壁を水で洗い，更に 5 分間煮沸を続ける．煮沸時には，しばしば水を補い，液量が少なくとも 250 mL に保つようにする．冷後，フェノール溶液（1 → 20）5 mL を加え，再びフラスコの内壁を水で洗い込み，5 分間放置した後，これに薄めたリン酸（1 → 2）2 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え，直ちに遊離したヨウ素を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 0.3329 mg $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

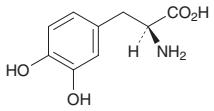
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

レボドパ

Levodopa



$C_9H_{11}NO_4$：197.19

3-Hydroxy-L-tyrosine ［59-92-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，レボドパ（$C_9H_{11}NO_4$）98.5 % 以上を含む．

性状 本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

融点：約 275 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴中で 3 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 5000）2 mL に 4-アミノアンチピリン試液 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈する．

（3） 本品 3 mg を 0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（280 nm）：136 ～ 146（乾燥後，30 mg，0.001 mol/L 塩酸試液，1000 mL）．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－11.5 ～ －13.0°（乾燥後，2.5 g，1 mol/L 塩酸試液，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g を希硝酸 6 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g に希塩酸 1 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.25 mL を加える（0.030 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.10 g を二亜硫酸ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）/メタノール混液（10：5：5：1）を展開溶媒として，約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.72 mg $C_9H_{11}NO_4$

貯 法

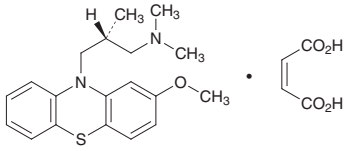
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

レボメプロマジンマレイン酸塩

Levomepromazine Maleate

マレイン酸レボメプロマジン



$C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$：444.54

(2*R*)-3-(2-Methoxy-10*H*-phenothiazin-10-yl)-*N*,*N*,2-trimethylpropylamine monomaleate

［*7104-38-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，レボメプロマジンマレイン酸塩（$C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：184 ～ 190 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤紫色を呈し，徐々に濃赤紫色となる．この液に二クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，液は帯褐黄赤色を呈する．

（2） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層をとり，水 10 mL ずつで 2 回洗い，無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えた後，ろ過し，水浴上でジエチルエーテルを蒸発し，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 124 ～ 128 ℃ である．

（3） 本品 0.5 g に水 5 mL 及びアンモニア水（28）2 mL を加え，クロロホルム 5 mL ずつで 3 回抽出し，水層を分取し，蒸発乾固した後，残留物に希硫酸 2 ～ 3 滴及び水 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，約 35 ℃ の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点〈*2.60*〉は 128 ～ 136 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−13.5 ～ −16.5°（乾燥後，0.5 g，クロロホルム，20 mL，200 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をメタノール 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にメタノール 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.028 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（2 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL 及び非水滴定用アセトン 20 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.45 mg $C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$

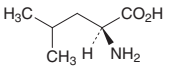
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

L-ロイシン

L-Leucine



$C_6H_{13}NO_2$：131.17

(2*S*)-2-Amino-4-methylpentanoic acid ［*61-90-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-ロイシン（$C_6H_{13}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：+14.5 ～ +16.0°（乾 燥 後，1 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5～6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g に水 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g に水 40 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，水を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.13 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

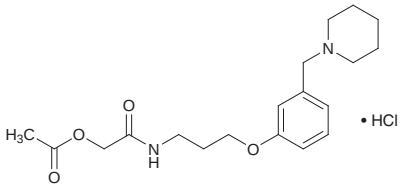
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.12 mg $C_6H_{13}NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

Roxatidine Acetate Hydrochloride

塩酸ロキサチジンアセタート



$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$：384.90

(3-{3-[(Piperidin-1-yl)methyl]phenoxy}propylcarbamoyl)methyl acetate monohydrochloride ［*93793-83-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

融　点〈2.60〉 147 ～ 151 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピーク面積は，標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/エタノール（99.5）/トリエチルアミン/酢酸（100）混液（384：16：2：1）

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキサチジン酢酸エステルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たロキサチジン酢酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸ロキサチジンアセタート 50 mg 及び安息香酸 10 mg をエタノール（99.5）25 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.3 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）5 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で適定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.49 mg $C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl

貯 法 容　器　気密容器．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル

Roxatidine Acetate Hydrochloride Extended-release Capsules

塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl：384.90）を含む．

製　法　本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得たろ液 1 mL に，エタノール（99.5）を加えて 20 mL とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 275 ～ 278 nm 及び 282 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，内容物を取り出し，表示量に従い 1 mL 中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）約 2.5 mg を含む液となるようにエタノール（99.5）V mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，孔径 1.0 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 8 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，37.5 mg カプセルは 45 分後，90 分後及び 8 時間後，75 mg カプセルは 60 分後，90 分後及び 8 時間後にそれぞれ溶出液 20 mL を正確にとり，

直ちに 37±0.5 ℃ に加温した水 20 mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）約 42 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 4 時間乾燥し，その約 21 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積 $A_{T(n)}$及び A_S を測定するとき，本品の 37.5 mg カプセルの 45 分間，90 分間及び 8 時間の溶出率はそれぞれ 10 ～ 40 %，35 ～ 65 % 及び 70 % 以上であり，75 mg カプセルの 60 分間，90 分間及び 8 時間の溶出率はそれぞれ 20 ～ 50 %，35 ～ 65 % 及び 70 % 以上である．

n 回目の溶出液採取時におけるロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）（$n = 1, 2, 3$）

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 カプセル中のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン/酢酸（100）混液（340：60：2：1）

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロキサチジン酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）約 75 mg に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）30 mL を正確に加えて振り混ぜた後，孔径 1.0 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 8 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし正確に 20 mL とする．この液 8 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて混和し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (3 / 2)$$

W_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/エタノール（99.5）/トリエチルアミン/酢酸（100）混液（384：16：2：1）

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

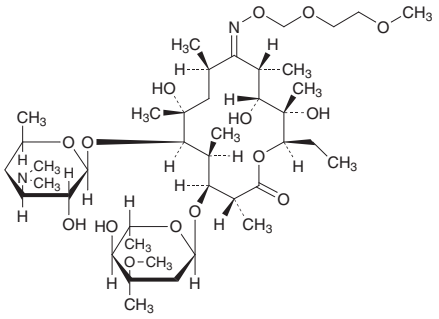
システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ロキシスロマイシン
Roxithromycin



$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$：837.05

(2*R*, 3*S*, 4*S*, 5*R*, 6*R*, 8*R*, 10*R*, 11*R*, 12*S*, 13*R*)−5−(3, 4, 6−Trideoxy−3−dimethylamino−*β*−D−*xylo*−hexopyranosyloxy)−3−(2,6−dideoxy−3−*C*−methyl−3−*O*−methyl−*α*−L−*ribo*−hexopyranosyloxy)−6, 11, 12−trihydroxy−9−(2−methoxyethoxy)methoxyimino−2, 4, 6, 8, 10, 12−hexamethylpentadecan−13−olide　[*80214−83−1*]

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 970 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ロキシスロマイシン（$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキシスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−93 ～ −96°（脱水物に換算したもの 0.5 g，アセトン，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 40 mg を正確に量り，移動相 A に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，ロキシスロマイシン標準品 20 mg を正確に量り，移動相 A に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加え正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキシスロマイシンに対する相対保持時間が約 1.05 のピークの面積は標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 2 倍より大きくない．また，ロキシスロマイシン及びロキシスロマイシンに対する相対保持時間が 1.05 のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のロキシスロマイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 6 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素アンモニウム溶液（17 → 100）200 mL に水 510 mL を加え，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 5.3 に調整する．この液にアセトニトリル 315 mL を加える．

移動相 B：アセトニトリル/水混液（7：3）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配を制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 38	100	0
38 ～ 39	100 ～ 90	0 ～ 10
39 ～ 80	90	10

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約 21 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たロキシスロマイシンのピーク面積が，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び *N*−デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり，移動相 A に溶かして 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*−デメチルロキシスロマイシン，ロキシスロマイシンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品及びロキシスロマイシン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のロキシスロマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ロキシスロマイシン（$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ロキシスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液（17 → 100）200 mL に水 510 mL を加え，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 5.3 に調整する．この液にアセトニトリル 315 mL を加える．

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び *N*-デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり，移動相に溶かして 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*-デメチルロキシスロマイシン，ロキシスロマイシンの順に溶出し，その分離度は 6 以上で，ロキシスロマイシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．

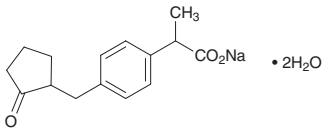
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ロキソプロフェンナトリウム水和物

Loxoprofen Sodium Hydrate

ロキソプロフェンナトリウム



$C_{15}H_{17}NaO_3 \cdot 2H_2O$：304.31

Monosodium 2-{4-[(2-oxocyclopentyl)methyl]phenyl}propanoate dihydrate

［*80382-23-6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ロキソプロフェンナトリウム（$C_{15}H_{17}NaO_3$：268.28）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 55000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明で，その色は薄めた色の比較液 A（1 → 2）より濃くない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 11.0 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 60 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（3 → 5）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にロキソプロフェン標準品をデシケーター（減圧，60 ℃）で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ロキソプロフェンナトリウム（$C_{15}H_{17}NaO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.0892$

W_S：ロキソプロフェン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール（3 → 5）溶液（7 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：222 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸（100）/トリエチルアミン混液（600：400：1：1）

流量：ロキソプロフェンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

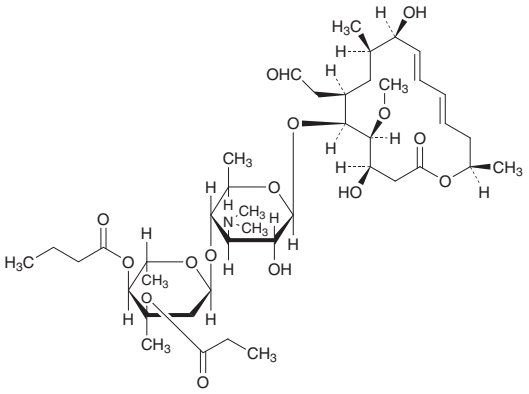
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロキソプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ロキタマイシン

Rokitamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*, 4*S*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-5-[4-*O*-Butanoyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-propanonyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3, 9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10, 12-dien-15-olide

[*74014-51-0*]

本品は，*Streptomyces kitasatoensis* の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物ロイコマイシン A_5 の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1050 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ロキタマイシン（$C_{42}H_{69}NO_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトニトリルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 1.4 ppm 付近，δ 2.5 ppm 付近，δ 3.5 ppm 付近及び δ 9.8 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B，C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：6：3：1 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 3 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキタマイシンに対する相対保持時間が約 0.72 の 3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_7，約 0.86 の 3″-*O*-プロピオニルイソロイコマイシン A_5 及び約 1.36 の 3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_1 のピーク面積はそれぞれ標準溶液のロキタマイシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のロキタマイシン，3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_7，3″-*O*-プロピオニルイソロイコマイシン A_5，3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_1 以外の各々のピーク面積は標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の 23/100 より大きくない．また，ロキタマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：55 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（2 → 5）/アセトニトリル混液（124：63：13）

流量：ロキタマイシンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキタマイシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たロキタマイシンのピーク面積が，標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロキタマイシンの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下で

ある．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキタマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる．

（ⅱ） 培地 培地（1）の 3）のⅰを用いる．ただし，滅菌後の pH〈2.54〉は 7.8 ～ 8.0 とする．

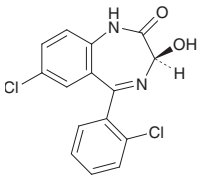
（ⅲ） 標準溶液 ロキタマイシン標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，10 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，ポリソルベート 80 を 0.01 % 含有する pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ） 試料溶液 本品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，ポリソルベート 80 を 0.01 % 含有する pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ロラゼパム

Lorazepam



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$：321.16

(3*RS*)−7−Chloro−5−(2−chlorophenyl)−3−hydroxy−1,3−dihydro−2*H*−1,4−benzodiazepin−2−one ［*846−49−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ロラゼパム（$C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え，5 分間煮沸し，冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（229 nm）：1080 ～ 1126（乾燥後，1 mg，エタノール（95），200 mL）．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/1,4−ジオキサン/酢酸（100）混液（91：5：4）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，アセトン 50 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 32.12 mg $C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$

貯　法

保存条件 遮光して保存する．

容　　器 気密容器．

ワイル病秋やみ混合ワクチン
Weil's Disease and Akiyami Combined Vaccine

本品は不活化したワイル病レプトスピラ，秋やみ A レプトスピラ，秋やみ B レプトスピラ及び秋やみ C レプトスピラを含む液状の注射剤である．

本品は必要ならば 1 種以上の秋やみレプトスピラを除いた製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準のワイル病秋やみ混合ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は白濁した液である．

黄色ワセリン
Yellow Petrolatum

本品は石油から得た炭化水素類の混合物を精製したものである．

性　状　本品は黄色の全質均等の軟膏よう物質で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品はジエチルエーテル，石油ベンジン又はテレビン油に澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける．

本品は加温するとき，黄色の澄明な液となり，この液はわずかに蛍光を発する．

融　点〈*2.60*〉　38 ～ 60 ℃（第 3 法）．

純度試験

（1）　色　本品を加温して溶かし，その 5 mL を試験管にとり，液状を保たせるとき，液の色は次の比較液より濃くない．比色に際しては白色の背景を用い，反射光線で側方から比色する．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.8 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.2 mL を加える．

（2）　酸又はアルカリ　本品 35.0 g に熱湯 100 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜて水層を分取し，ワセリン層は更に熱湯 50 mL ずつで 2 回同様に操作し，水層を合わせ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えて煮沸するとき，液は赤色を呈しない．更にメチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（5）　イオウ化合物　本品 4.0 g にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら 70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗色を呈しない．

（6）　有機酸類　本品 20.0 g をとり，あらかじめフェノールフタレイン試液 1 滴を加え淡赤色を呈するまで 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えた希エタノール 100 mL を加え，還流冷却器を付け 10 分間煮沸し，フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴を加え，激しく振り混ぜながら 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を滴加するとき，液の色は赤色である．

（7）　油脂又は樹脂　本品 10.0 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）50 mL を加え，還流冷却器を付け，30 分間煮沸し，冷後，水層を分取し，必要ならばろ過し，希硫酸 200 mL を加えるとき，油状の物質又は沈殿を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　**容　器**　気密容器．

白色ワセリン
White Petrolatum

本品は石油から得た炭化水素類の混合物を脱色して精製したものである．

性　状　本品は白色～微黄色の全質均等の軟膏ようの物質で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品はジエチルエーテルに澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける．

本品は加温するとき，澄明な液となる．

融　点〈*2.60*〉　38 ～ 60 ℃（第 3 法）．

純度試験

（1）　色　本品を加温して溶かし，その 5 mL を試験管にとり，液状を保たせるとき，液の色は次の比較液より濃くない．比色に際しては白色の背景を用い，反射光線で側方から比色する．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 1.6 mL に水 3.4 mL を加える．

（2）　酸又はアルカリ　本品 35.0 g に熱湯 100 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜて水層を分取し，ワセリン層は更に熱湯 50 mL ずつで 2 回同様に操作し，水層を合わせ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えて煮沸するとき，液は赤色を呈しない．更にメチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（5）　イオウ化合物　本品 4.0 g にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら 70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗色を呈しない．

（6）　有機酸類　本品 20.0 g をとり，あらかじめフェノー

ルフタレイン試液1滴を加え淡赤色を呈するまで0.01 mol/L水酸化ナトリウム液を加えた希エタノール 100 mL を加え，還流冷却器を付け 10 分間煮沸し，フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴を加え，激しく振り混ぜながら 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を滴加するとき，液の色は赤色である．

（7） 油脂又は樹脂　本品 10.0 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）50 mL を加え，還流冷却器を付け，30 分間煮沸し，冷後，水層を分取し，必要ならばろ過し，希硫酸 200 mL を加えるとき，油状の物質又は沈殿を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05 % 以下（2 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

親水ワセリン

Hydrophilic Petrolatum

製 法

サラシミツロウ	80 g
ステアリルアルコール又はセタノール	30 g
コレステロール	30 g
白色ワセリン	適 量
全 量	1000 g

本品は「ステアリルアルコール」又は「セタノール」，「サラシミツロウ」及び「白色ワセリン」を水浴上で加温して溶かし，かき混ぜ，これに「コレステロール」を加えて完全に溶けるまでかき混ぜた後，加温をやめ，固まるまでよくかき混ぜて製する．

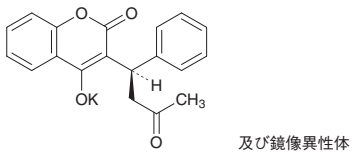
性 状 本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

本品に等量の水を混和しても，なお軟膏ようの稠度を保つ．

貯 法 容 器 気密容器．

ワルファリンカリウム

Warfarin Potassium



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{15}KO_4$：346.42

Monopotassium (1*RS*)-2-oxo-3-(3-oxo-1-phenylbutyl)chromen-4-olate ［*2610-86-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.2 ～ 8.3 である．

本品は光によって淡黄色となる．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はワルファリンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したワルファリンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）本品の水溶液（1 → 250）はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ呈色物　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 20）に溶かし，正確に 10 mL とする．この液につき，水酸化ナトリウム溶液（1 → 20）を対照とし，15 分以内に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 385 nm における吸光度は，0.20 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を水/メタノール混液（3：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のワルファリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のワルファリンのピーク面積の 1/10 より大きくない．また，試料溶液のワルファリン以外のピークの合計面積は標準溶液のワルファリンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からワルファリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たワルファリンのピーク面積が，標準溶液のワルファリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸プロピル 20 mg をメタノール 50 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に本品の水/メタノール混液（3：1）溶液（1 → 2000）4 mL を加え，更に水/メタノール混液（3：1）を加えて 100 mL とする．こ

の液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ワルファリンの順に溶出し，その分離度は 7 以上でシンメトリー係数は 1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 4.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品及びワルファリンカリウム標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを水/メタノール混液（3：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに水/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のワルファリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（68：32：1）

流量：ワルファリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ワルファリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 8000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ワルファリンカリウム錠
Warfarin Potassium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$：346.42）を含む．

製 法 本品は「ワルファリンカリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法の T_2 液につき，0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を対照として紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示し，258 ～ 262 nm に吸収の極小を示す．また，定量法の T_1 液につき，0.02 mol/L 塩酸試液を対照として紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 281 ～ 285 nm 及び 303 ～ 307 nm に吸収の極大を示し，243 ～ 247 nm に吸収の極小を示す．

（2） 本品の表示量に従い「ワルファリンカリウム」0.01 g に対応する量をとり，アセトン 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で加温してアセトンを蒸発する．残留物にジエチルエーテル 10 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，水層はカリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，粉末とし，水 40 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後，1 mL 中にワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）約 20 μg を含む液となるように水を加えて正確に VmL とし，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.05 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし，T_1 液及び S_1 液とする．別に試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.05 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 25 mL とし，T_2 液及び S_2 液とする．T_1 液については T_2 液を対照とし，S_1 液については S_2 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．T_1 液及び S_1 液の波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 2000)$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，水 80 mL を加えて 15 分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加

えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし，T_1 液及び S_1 液とする．別に試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 20 mL とし，T_2 液及び S_2 液とする．T_1 液については T_2 液を対照とし，S_1 液については S_2 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．T_1 液及び S_1 液の波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

生　薬　等

アカメガシワ
Mallotus Bark
MALLOTI CORTEX

本品はアカメガシワ *Mallotus japonicus* Mueller Agroviensis（*Euphorbiaceae*）の樹皮である．

生薬の性状　本品は板状又は半管状の皮片で，厚さ 1 ～ 3 mm，外面は帯緑灰色～帯褐灰色で，灰白色～褐色の皮目が群をなし，縦しま状の模様として認められる．内面は淡黄褐色～ 灰褐色で多数の縦線を認めるが，平滑である．折りやすく，切面はやや繊維性である．

本品はわずかににおいがあり，味はやや苦く，わずかに収れん性である．

確認試験　本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 5 分間加温し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95)/水混液（100：17：13）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち R_f 値 0.5 付近の 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　12.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　11.0 % 以上．

アセンヤク
Gambir
GAMBIR
阿仙薬
ガンビール

本品は *Uncaria gambir* Roxburgh（*Rubiaceae*）の葉及び若枝から得た水製乾燥エキスである．

生薬の性状　本品は褐色～暗褐色の砕きやすい塊で，内部の色は淡褐色を呈する．

本品はわずかににおいがあり，味は極めて渋く苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末 0.2 g に水 10 mL を加え，水浴中で時々振り混ぜながら 5 分間加温した後，ろ過し，冷後，ろ液にゼラチン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は白濁するか又は白色の沈殿を生じる．

（2）　本品の粉末 0.1 g に希エタノール 20 mL を加え，2 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 1 mL に希エタノール 9 mL を加えた液 1 mL にバニリン・塩酸試液 1 mL を加えるとき，液は淡赤色～赤褐色を呈する．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　70.0 % 以上．

アセンヤク末
Powdered Gambir
GAMBIR PULVERATUM
阿仙薬末
ガンビール末

本品は「アセンヤク」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は赤褐色～暗褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は極めて渋く苦い．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈*5.01*〉するとき，針状結晶の塊又は黄褐色～赤褐色の有角性の破片からなり，表皮組織及び厚膜化した毛を認める．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に水 10 mL を加え，水浴中で時々振り混ぜながら 5 分間加温した後，ろ過し，冷後，ろ液にゼラチン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は白濁するか又は白色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.1 g に希エタノール 20 mL を加え，2 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 1 mL に希エタノール 9 mL を加えた液 1 mL にバニリン・塩酸試液 1 mL を加えるとき，液は淡赤色～赤褐色を呈する．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　70.0 % 以上．

アヘン・トコン散
Opium Ipecac Powder
ドーフル散

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製　法

アヘン末	100 g
トコン末	100 g
デンプン又は適当な賦形剤	適　量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．本品には「乳糖水和物」を加えない．

性　状　本品は淡褐色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品 3 g に塩酸 5 mL を加え，しばしば振り混ぜ，1 時間放置した後，蒸発皿にろ過し，ろ液にサラシ粉 5 mg を加えるとき，その周辺はだいだい色を呈する（エメチン）．

定 量 法 本品約 50 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，希エタノール 250 mL を加え，40 ℃ の水浴中で 1 時間かき混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ過器上の残留物を先の共栓フラスコに移し，希エタノール 50 mL を加え，40 ℃ の水浴中で 10 分間かき混ぜた後，先のガラスろ過器を用いてろ過し，希エタノール 50 mL ずつを用い，更に 3 回この操作を繰り返す．全ろ液を乳鉢に合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）10 mL を加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，水酸化カルシウム 2 g 及び正確に水 40 mL を加えて 20 分間かき混ぜた後，ろ過する．ろ液 30 mL に硫酸マグネシウム七水和物 0.1 g を加え，1 分間振り混ぜ，水酸化カルシウム 0.3 g を加えて 1 分間振り混ぜ，1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えた後，塩化アンモニウムを加えて pH 9.0 ～ 9.2 とし，クロロホルム/エタノール（95）混液（3：1）60 mL，40 mL 及び 30 mL で抽出する．全抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，更に蒸発乾固する．残留物に希水酸化ナトリウム試液 20 mL 及びジエチルエーテル 10 mL を加え，振り混ぜて溶かした後，塩化アンモニウム 0.5 g を加え，注意して激しく振り混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

アマチャ

Sweet Hydrangea Leaf

HYDRANGEAE DULCIS FOLIUM

甘茶

本品はアマチャ *Hydrangea macrophylla* Seringe var. *thunbergii* Makino（*Saxifragaceae*）の葉及び枝先である．

生薬の性状 本品は，通例，しわがよって縮み，暗緑色～暗黄緑色を呈する．水に浸してしわを延ばすと，ひ針形～鋭頭卵形で，長さ約 12 cm，幅約 5 cm，辺縁にきょ歯があり，基部はややくさび状である．両面に粗毛があり，特に葉脈上に多い．細脈は辺縁に達せずに上方に向かって曲がり互いに連絡し，葉柄は短く葉身の 1/5 に達しない．

本品はわずかににおいがあり，特異な甘味がある．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にジエチルエーテル/石油エーテル混液（1：1）8 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液を蒸発して得た残留物を希エタノール 1 mL に溶かし，これに希塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，更に希硫酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，その色は消える．

純度試験

（1） 茎 本品は茎 3.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 12.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.5 % 以下．

アマチャ末

Powdered Sweet Hydrangea Leaf

HYDRANGEAE DULCIS FOLIUM PULVERATUM

甘茶末

本品は「アマチャ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は暗黄緑色を呈し，わずかににおいがあり，特異な甘味がある．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，側壁が波形を呈する表皮，副細胞 2 個を伴う気孔，薄膜単細胞性で表面に多数の小突起がある長さ 150 ～ 300 μm の毛，さく状組織の破片，海綿状組織の破片，維管束の破片，長さ 50 ～ 70 μm のシュウ酸カルシウムの束晶を含む粘液細胞の破片を認める．

確認試験 本品 0.5 g にジエチルエーテル/石油エーテル混液（1：1）8 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液を蒸発して得た残留物を希エタノール 1 mL に溶かし，これに希塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，更に希硫酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，その色は消える．

純度試験 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞，多量の繊維及びでんぷん粒を認めない．

乾燥減量〈*5.01*〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 12.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.5 % 以下．

アラビアゴム

Acacia

GUMMI ARABICUM

本品は *Acacia senegal* Willdenow 又はその他同属植物（*Leguminosae*）の幹及び枝から得た分泌物である．

生薬の性状 本品は無色～淡黄褐色の透明又は多少乳濁した球状塊又は破片で，その外面に多数の割れ目があり，砕きやすく，砕面はガラスようで，しばしば光彩を現す．

本品はにおいがなく，味はないが粘滑性である．

本品の粉末 1.0 g に水 2.0 mL を加えるとき，ほとんど溶けて，液は酸性を呈する．

本品はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験 本品の粉末 1 g に水 25 mL 及び硫酸 1 mL を加え，還流冷却器を付け，沸騰水浴中で 60 分間加熱する．冷後，無水炭酸ナトリウム 2.0 g を穏やかに加え，その液 1 mL にメタノール 9 mL を加えてよく混和し，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にD-ガラクトース 10 mg を水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて 10 mL とし，標準溶液（1）とする．L-アラビノース及び L-ラムノース

一水和物についてそれぞれ同様に操作し，標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットは，標準溶液の D-ガラクトース，L-アラビノース及び L-ラムノースの各スポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 不溶物　本品の粉末 5.0 g に水 100 mL 及び希塩酸 10 mL を加え揺り動かしながら，15 分間穏やかに煮沸して溶かし，これを質量既知のガラスろ過器（G3）で温時ろ過し，残留物を温湯でよく洗い，105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2） タンニン含有ゴム質　本品の水溶液（1 → 50）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は暗緑色を呈しない．

（3） ブドウ糖　確認試験の試料溶液及び別にブドウ糖 10 mg を水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて 10 mL とした標準溶液につき，確認試験を準用し，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行うとき，標準溶液から得たブドウ糖のスポットと R_f 値が等しい位置に試料溶液ではスポットを認めない．

乾燥減量〈5.01〉 17.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 4.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

アラビアゴム末

Powdered Acacia

GUMMI ARABICUM PULVERATUM

本品は「アラビアゴム」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は白色～淡黄白色を呈し，においはなく，味はないが粘滑性である．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈5.01〉するとき，無色の有角性の破片又はほぼ球状の粒を認める．でんぷん粒又は植物組織の破片を認めることがあっても，極めてわずかである．

本品 1.0 g に水 2.0 mL を加えるとき，ほとんど溶けて，液は酸性を呈する．

本品はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験　本品 1 g に水 25 mL 及び硫酸 1 mL を加え，還流冷却器を付け，沸騰水浴中で 60 分間加熱する．冷後，無水炭酸ナトリウム 2.0 g を穏やかに加え，その液 1 mL にメタノール 9 mL を加えてよく混和し，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に D-ガラクトース 10 mg を水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて 10 mL とし，標準溶液（1）とする．L-アラビノース及び L-ラムノース一水和物についてそれぞれ同様に操作し，標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットは，標準溶液の D-ガラクトース，L-アラビノース及び L-ラムノースの各スポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 不溶物　本品 5.0 g に水 100 mL 及び希塩酸 10 mL を加え揺り動かしながら，15 分間穏やかに煮沸して溶かし，これを質量既知のガラスろ過器（G3）で温時ろ過し，残留物を温湯でよく洗い，105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2） タンニン含有ゴム質　本品の水溶液（1 → 50）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は暗緑色を呈しない．

（3） ブドウ糖　確認試験で得た試料溶液及び別にブドウ糖 10 mg を水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて 10 mL とした標準溶液につき，確認試験を準用し，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行うとき，標準溶液から得たブドウ糖のスポットと R_f 値が等しい位置に試料溶液ではスポットを認めない．

乾燥減量〈5.01〉 15.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 4.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

貯　法　容　器　気密容器．

アロエ

Aloe

ALOE

ロカイ

本品は主として *Aloe ferox* Miller 又はこれと *Aloe africana* Miller 又は *Aloe spicata* Baker との雑種（*Liliaceae*）の葉から得た液汁を乾燥したものである．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，バルバロイン 4.0 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は黒褐色～暗褐色の不整の塊で，外面はときに黄色の粉で覆われ，破砕面は平滑でガラスようである．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g に水 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ケイソウ土 0.5 g を加えてろ過し，ろ液を試料溶液として次の試験を行う．

（ⅰ） 試料溶液 5 mL に四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.2 g を加え，水浴中で加温して溶かし，その数滴を水 30 mL に滴加して振り混ぜるとき，液は緑色の蛍光を発する．

（ⅱ） 試料溶液 2 mL に硝酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄褐色を呈し，徐々に緑色に変わる．また，この液を水浴中で加温するとき，液は赤褐色に変わる．

（2） 本品の粉末 0.2 g にメタノール 10 mL を加え，5

分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用バルバロイン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸（100）混液（20：5：2：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光スポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 樹脂　本品の粉末 0.5 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，水浴上で加温した後，ろ過し，ろ紙上の残留物及びろ紙をジエチルエーテル 3 mL を用いて洗い，ろ液及び洗液を合わせた後，ジエチルエーテルを留去するとき，残留物の量は 5.0 mg 以下である．

（2） エタノール不溶物　本品の粉末 1.0 g にエタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間煮沸し，温時に質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，ろ過器上の残留物はエタノール（95）で洗液が着色しなくなるまで洗い，残留物を 105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 0.10 g 以下である．

乾燥減量〈5.01〉　12.0 % 以下．

灰　分〈5.01〉　2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　水製エキス　40.0 % 以上．

成分含量測定法　本品の粉末約 0.1 g を精密に量り，メタノール 40 mL を加えた後，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過し，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用バルバロインをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，シュウ酸二水和物 40 mg を加えた後，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバルバロインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{バルバロインの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$$

W_S：成分含量測定用バルバロインの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径約 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（74：26：1）

流量：バルバロインの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用バルバロイン 10 mg 及びシュウ酸二水和物 40 mg をメタノールに溶かし，100 mL とする．この液 5 mL を量り，エテンザミドのメタノール溶液（1 → 2000）1 mL を加えた後，メタノールを加えて 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，バルバロイン，エテンザミドの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．ただし，測定波長は 300 nm とする．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バルバロインのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

アロエ末

Powdered Aloe

ALOE PULVERATA

ロカイ末

本品は「アロエ」を粉末としたものである．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，バルバロイン 4.0 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は暗褐色～帯黄暗褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈5.01〉するとき，帯緑黄色～帯赤褐色の有角性又はやや不整の破片を認める．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ケイソウ土 0.5 g を加えてろ過し，ろ液を試料溶液として次の試験を行う．

（i） 試料溶液 5 mL に四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.2 g を加え，水浴中で加温して溶かし，その数滴を水 30 mL に滴加して振り混ぜるとき，液は緑色の蛍光を発する．

（ii） 試料溶液 2 mL に硝酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄褐色を呈し，徐々に緑色に変わる．また，この液を水浴中で加温するとき，液は赤褐色に変わる．

（2）本品 0.2 g にメタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用バルバロイン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸（100）混液（20：5：2：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光スポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 樹脂　本品 0.5 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，水浴上で加温した後，ろ過し，ろ紙上の残留物及びろ紙をジエチルエーテル 3 mL を用いて洗い，ろ液及び洗液を合わせた後，ジエチルエーテルを留去するとき，残留物の量は 5.0 mg 以下である．

（2） エタノール不溶物　本品 1.0 g にエタノール（95） 50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間煮沸し，温時に質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，ろ過器上の残留物はエタノール（95）で洗液が着色しなくなるまで洗い，残留物を 105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 0.10 g 以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉 12.0 % 以下．

灰　分〈*5.01*〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 水製エキス　40.0 % 以上．

成分含量測定法 本品約 0.1 g を精密に量り，メタノール 40 mL を加えた後，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過し，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用バルバロインをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，シュウ酸二水和物 40 mg を加えた後，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のバルバロインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{バルバロインの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$$

W_S：成分含量測定用バルバロインの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径約 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（74：26：1）

流量：バルバロインの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用バルバロイン 10 mg 及びシュウ酸二水和物 40 mg をメタノールに溶かし，100 mL とする．この液 5 mL を量り，エテンザミドのメタノール溶液（1 → 2000）1 mL を加えた後，メタノールを加えて 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，バルバロイン，エテンザミドの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．ただし，測定波長は 300 nm とする．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バルバロインのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

アンソッコウ

Benzoin

BENZOINUM

安息香

本品は *Styrax benzoin* Dryander 又はその他同属植物（*Styracaceae*）から得た樹脂である．

生薬の性状　本品は灰褐色～暗赤褐色の不整の塊片で，破砕面には実質中に類白色～淡黄赤色の粒がある．常温では堅くてもろく，熱すれば軟化する．

本品は特異な芳香があり，味はわずかに辛くてえぐい．

確認試験

（1） 本品の小片を試験管内で加熱するとき，刺激性の蒸気を発し，結晶性の昇華物を生じる．

（2） 本品 0.5 g をジエチルエーテル 10 mL で冷浸した液 1 mL を蒸発皿にとり，硫酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，濃赤褐色～濃赤紫色を呈する．

純度試験　エタノール不溶物　本品 1.0 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し，冷後，不溶物を質量既知のガラスろ過器（G3）を用いてろ取し，残留物をエタノール（95）5 mL ずつで 3 回洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 0.30 g 以下である．

灰　分〈*5.01*〉 2.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

アンモニア・ウイキョウ精

Foeniculated Ammonia Spirit

製　法

アンモニア水	170 mL
ウイキョウ油	30 mL
エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，「アンモニア水」の代わりにアンモニア水（28）及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は無色～黄色の液で，特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，舌をさすようである．

比重　d_{20}^{20}：約 0.85

アルコール数〈*1.01*〉 7.8 以上（第 2 法）．

貯　法　容　　器　気密容器．

イレイセン

Clematis Root

CLEMATIDIS RADIX

威霊仙

本品はサキシマボタンヅル *Clematis chinensis* Osbeck，*Clematis manshurica* Ruprecht 又は *Clematis hexapetala* Pallas（*Ranunculaceae*）の根及び根茎である．

生薬の性状 本品は短い根茎と多数の細長い根からなる．根は長さ 10 ～ 20 cm，径 1 ～ 2 mm，外面は褐色～黒褐色を呈し，細かい縦じわがあり，折りやすく，皮層と中心柱は離れやすい．根の横断面は灰白色～淡黄褐色を呈し，中心柱は淡灰黄色～黄色，ルーペ視するとき，中心柱はほぼ円形で，木部の 2 ～ 4 箇所がわずかに湾入している．根茎は長さ 2 ～ 4 cm，径 5 ～ 20 mm，表面は淡灰褐色～灰褐色で，皮部は脱落し繊維状を呈し，しばしば隆起した節があり，頂端に木質の茎の残基を付ける．

本品は弱いにおいがあり，味はほとんどない．

本品の根の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は一層の表皮からなり，表皮下に一層の外皮がある．内皮により皮層と中心柱に区分される．皮層は柔組織からなる．木部の 2 ～ 4 箇所がわずかに湾入し，その部分に師部があり，しばしば繊維を含む．柔組織中には単粒及び 2 ～ 8 個の複粒のでんぷん粒を含む．

確認試験

（1）本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，2 ～ 3 分間煮沸した後，放冷し，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2）本品の粉末 0.5 g に無水酢酸 3 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液に硫酸 1 mL を穏やかに加えるとき，境界面は褐色を呈する．

乾燥減量〈5.01〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 8.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　15.0 % 以上．

インチンコウ

Artemisia Capillaris Flower

ARTEMISIAE CAPILLARIS FLOS

茵陳蒿

本品はカワラヨモギ *Artemisia capillaris* Thunberg（*Compositae*）の頭花である．

生薬の性状 本品は卵形～球形の長さ 1.5 ～ 2 mm，径約 2 mm の頭花を主とし，糸状の葉と花序軸からなる．頭花の外面は淡緑色～淡黄褐色，葉の外面は緑色～緑褐色，花序軸の外面は緑褐色～暗褐色を呈する．頭花をルーペ視するとき，総ほう片は 3 ～ 4 列に覆瓦状に並び，外片は卵形で鈍頭，内片はだ円形で外片より長く，長さ 1.5 mm，内片の中央部は竜骨状となり，周辺部は広く薄膜質となる．小花は筒状花で，頭花の周辺部のものは雌性花，中央部は両性花である．そう果は倒卵形で，長さ 0.8 mm である．質は軽い．

本品は特異な弱いにおいがあり，味はやや辛く，わずかに麻ひ性である．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.5 付近に青色の蛍光を発する主スポットを認める．

純度試験 茎　本品は径 2 mm 以上の茎を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 9.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　15.0 % 以上．

インヨウカク

Epimedium Herb

EPIMEDII HERBA

淫羊藿

本品は *Epimedium pubescens* Maximowicz, *Epimedium brevicornum* Maximowicz, *Epimedium wushanense* T. S. Ying, ホザキイカリソウ *Epimedium sagittatum* Maximowicz，キバナイカリソウ *Epimedium koreanum* Nakai，イカリソウ *Epimedium grandiflorum* Morren var. *thunbergianum* Nakai 又はトキワイカリソウ *Epimedium sempervirens* Nakai（*Berberidaceae*）の地上部である．

生薬の性状 本品は茎及び 1 ～ 3 回三出複葉からなる．小葉は卵形～広卵形又は卵状披針形，長さ 3 ～ 20 cm，幅 2 ～ 8 cm で，基部に長さ 15 ～ 70 mm の小葉柄がある．先端は鋭くとがり，辺縁には長さ 0.1 ～ 0.2 cm の刺毛がある．基部は心形～深心形で，三小葉の側葉では非対称である．表面は緑色～緑褐色でときにつやがあり，裏面は淡緑色～淡灰緑褐色を呈し，しばしば有毛で，葉脈が顕著である．質は紙質か又は革質である．葉柄及び茎は円柱形で淡黄褐色～帯紫淡緑褐色を呈し，折りやすい．

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の葉の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，主脈部には 3 ～ 6 本の維管束があり，葉肉部は上面表皮，1 層の柵状組織，海綿状組織，下面表皮からなる．葉縁部は円形～だ円形で厚壁組織で埋まる．表皮には多細胞毛がある．葉柄には 8 ～ 20 本，小葉柄には 6 ～ 15 本の維管束がある．本品の茎の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，下皮は 1 ～数細胞層で，皮層の厚壁細胞層は 4 ～ 10 層である．維管束は 13 ～ 30 本あり，だ円形～倒卵形である．

確認試験 本品の粉末 2 g にメタノール 20 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用イカリイン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉 12.5 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 8.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　17.0 % 以上.

ウイキョウ

Fennel

FOENICULI FRUCTUS

茴香

本品はウイキョウ *Foeniculum vulgare* Miller（*Umbelliferae*）の果実である.

生薬の性状　本品は双懸果で長円柱形を呈し，長さ 3.5 ～ 8 mm，幅 1 ～ 2.5 mm である．外面は灰黄緑色～灰黄色で，互いに密接する 2 個の分果の各々には 5 本の隆起線がある．双懸果はしばしば長さ 2 ～ 10 mm の果柄を付ける.

本品は特異なにおい及び味がある.

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，腹面に近い隆起線は背面のものより著しく隆起し，各隆起線間に 1 個の大きな油道があり，腹面には 2 個の油道がある.

確認試験　本品の粉末 0.5 g にヘキサン 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 5 分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める.

純度試験

（1）　果柄　本品は果柄 3.0 % 以上を含まない.

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は果柄以外の異物 1.0 % 以上を含まない.

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下.

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.7 mL 以上である.

ウイキョウ末

Powdered Fennel

FOENICULI FRUCTUS PULVERATUS

茴香末

本品は「ウイキョウ」を粉末としたものである.

生薬の性状　本品は帯緑淡褐色～帯緑褐色を呈し，特異なにおい及び味がある.

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，アリューロン粒を含む周乳の柔組織片，脂肪油を含む内乳の柔組織片，特異な単膜孔の明らかな厚壁組織片，壁面に黄褐色の内容物を付着する油道の破片，階段状に配列した細胞からなる内果皮の組織片，らせん紋道管，表皮又は気孔を伴った表皮の破片を認める.

確認試験　本品 0.5 g にヘキサン 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 5 分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色の主スポットを認める.

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下.

精油含量〈*5.01*〉　本品 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.45 mL 以上である.

貯　法　**容　　器**　気密容器.

ウイキョウ油

Fennel Oil

OLEUM FOENICULI

フェンネル油

本品はウイキョウ *Foeniculum vulgare* Miller（*Umbelliferae*）又は *Illicium verum* Hooker fil.（*Illiciaceae*）の果実を水蒸気蒸留して得た精油である.

性　状　本品は無色～微黄色の液で，特異な芳香があり，味は初め甘く，後にわずかに苦い.

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する.

本品は水にほとんど溶けない.

本品は寒冷時にはしばしば白色の結晶又は結晶性の固形物を析出する.

確認試験　本品 0.30 g をヘキサン 20 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める.

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.528 ～ 1.560

比　重〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.955 ～ 0.995

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 mL にエタノール（95）3 mL を加えるとき，液は澄明で，更にエタノール（95）7 mL を加えるとき，変化しない.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）.

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　気密容器.

ウコン
Termeric
CURCUMAE RHIZOMA
鬱金

本品はウコン *Curcuma longa* Linné（*Zingiberaceae*）の根茎をそのまま又はコルク層を除いたものを，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状 本品は主根茎又は側根茎からなり，主根茎はほぼ卵形体で，径約 3 cm，長さ約 4 cm，側根茎は両端鈍頭の円柱形でやや湾曲し，径約 1 cm，長さ 2 ～ 6 cm でいずれも輪節がある．コルク層を付けたものは黄褐色でつやがあり，コルク層を除いたものは暗黄赤色で，表面に黄赤色の粉を付けている．質は堅く折りにくい．横切面は黄褐色～赤褐色を呈し，ろうようのつやがある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦く刺激性で，だ液を黄色に染める．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層には通例 4 ～ 10 層のコルク層があるか又は部分的に残存する．皮層及び中心柱は一層の内皮で区分される．皮層及び中心柱は柔組織からなり，維管束が散在する．柔組織中には油細胞が散在し，柔細胞中には黄色物質，シュウ酸カルシウムの砂晶及び単晶，のり化したでんぷんを含む．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 20 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f 値 0.4 付近に黄色のスポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉 17.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 7.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　9.0 % 以上．

ウヤク
Lindera Root
LINDERAE RADIX
烏薬
天台烏薬

本品はテンダイウヤク *Lindera strychnifolia* Fernandez-Villar（*Lauraceae*）の根である．

生薬の性状 本品は紡錘形又はところどころくびれた連珠状を呈し，長さ 10 ～ 15 cm，径 10 ～ 25 mm である．外面は黄褐色～褐色を呈し，わずかに細根の跡がある．横断面の皮部は褐色，木部は淡黄褐色を呈し，褐色の同心性の輪及び放射状の線がある．質はち密で堅い．

本品は樟脳ようのにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮を残すものでは数層のコルク層がありコルク層の一部はコルク石細胞からなる．油細胞及び繊維を含む皮部柔組織が認められることがある．木部では道管及び木部繊維と，放射組織が交互に配列する．皮部及び木部の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶及び柱状晶，径 1 ～ 15 μm の単粒のでんぷん粒及び 2 ～ 4 粒からなる複粒のでんぷん粒を含む．

確認試験 本品の粉末 3 g にヘキサン 40 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加温する．冷後，ろ過し，残留物にアンモニア試液 10 mL 及び酢酸エチル/ジエチルエーテル混液（1：1）30 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分取し，無水硫酸ナトリウム 10 g を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を留去し，残留物をエタノール（99.5）0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（10：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f 値 0.4 付近に黄褐色のスポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 2.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　6.0 % 以上．

ウワウルシ
Bearberry Leaf
UVAE URSI FOLIUM

本品はクマコケモモ *Arctostaphylos uva-ursi*（Linné）Sprengel（*Ericaceae*）の葉である．

本品はアルブチン 7.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は倒卵形～へら形を呈し，長さ 1 ～ 3 cm，幅 0.5 ～ 1.5 cm，上面は黄緑色～暗緑色，下面は淡黄緑色である．全縁で鈍頭又は円頭でときにはくぼみ，葉脚はくさび形で，葉柄は極めて短い．葉身は厚く，上面に特異な網状脈がある．折りやすい．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに苦く，収れん性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，クチクラは厚く，さく状組織と海綿組織の柔細胞の形は類似する．維管束中には一細胞列からなる放射組織が扇骨状に 2 ～ 7 条走り，維管束の上下面の細胞中には，まばらにシュウ酸カルシウムの多角形の単晶及び集晶を含む．他の葉肉組織中には結晶を認めない．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g に熱湯 10 mL を加え，少時振り混ぜた後，冷後，ろ過し，ろ液 1 滴をろ紙上に滴下し，これに塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，暗紫色を呈する．

（2） 本品の粉末 0.2 g にエタノール（95）/水混液（7：3）10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アルブチン 1 mg をエタノール（95）/水混液（7：3）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した

薄層板にスポットする．次にギ酸エチル/水/ギ酸混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色～黒褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 枝　本品は枝 4.5 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉　本品は枝以外の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下．

成分含量測定法　本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，水 40 mL を加えて 30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に水 40 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用アルブチンをデシケーター（減圧，シリカゲル）で 12 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアルブチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アルブチンの量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：成分含量測定用アルブチンの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液（94：5：1）

流量：アルブチンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用アルブチン，ヒドロキノン及び没食子酸 0.05 g ずつを水に溶かして 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルブチン，ヒドロキノン，没食子酸の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，アルブチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

ウワウルシ流エキス
Uva Ursi Fluidextract

本品はアルブチン 3.0 w/v% 以上を含む．

製　法　本品は「ウワウルシ」の粗末をとり，熱「精製水」を用いて流エキス剤の製法により浸出液を製した後，タンニン質の一部を除き，必要ならば減圧で濃縮し，適量の「精製水」を加え，規定の含量に調整して製する．本品には適量の「エタノール」を加えることができる．

性　状　本品は黄褐色～暗赤褐色の液で，味は苦く，収れん性である．

本品は水又はエタノール（95）と混和する．

確認試験　本品 1 mL にエタノール（95）/水混液（7：3）30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「ウワウルシ」の確認試験（2）を準用する．

成分含量測定法　本品 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下「ウワウルシ」の成分含量測定法を準用する．

アルブチンの量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：成分含量測定用アルブチンの秤取量（mg）

貯　法　容　器　気密容器．

エイジツ
Rose Fruit
ROSAE FRUCTUS
営実

本品はノイバラ *Rosa multiflora* Thunberg（*Rosaceae*）の偽果又は果実である．

生薬の性状　本品の偽果は球形，だ円球形又は偏球形を呈し，長さ 5 ～ 9.5 mm，径 3.5 ～ 8 mm である．外面は赤色～暗褐色で，滑らかでつやがある．しばしば一端に長さ約 10 mm の果柄を付け，他端にがく片のとれた五角形のがくの残基がある．内部には周壁に銀白色の毛が密生し，5 ～ 10 個の成熟した堅果がある．堅果は不整有角性の卵形を呈し，長さ約 4 mm，径約 2 mm である．外面は淡黄褐色で，一端は鈍形で他端はややとがる．

本品はわずかににおいがあり，花床は甘くて酸味がある．堅果は初め粘液ようで，後に渋くて苦く，刺激性がある．

確認試験　本品の粉末 1 g にメタノール 20 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液 5 mL にリボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 0.5 mL を加えて放置するとき，液は淡赤色～赤色を呈する．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は果柄及びその他の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

エイジツ末
Powdered Rose Fruit
ROSAE FRUCTUS PULVERATUS
営実末

本品は「エイジツ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味はわずかに粘液ようで，渋くて，苦く，またわずかに酸味がある．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，極めて厚膜で径 35 ～ 70 μm の毛の破片，褐色のタンニンの塊を含む表皮及び下皮の破片，灰褐色の内容物を含む薄膜性の基本組織の破片，細い道管の破片，シュウ酸カルシウムの単晶，双晶又は集晶（花床の要素），厚膜組織の破片，繊維群の破片，細い道管の破片，褐色のタンニン又は粘液を含む表皮の破片（果皮の要素），アリューロン粒又は脂肪油を含む多角形の内乳の破片，多角形でタンニンを含む外面の表皮の破片，やや長形で側膜が波形の内面の表皮の破片（種子の要素）を認める．

確認試験　本品 1 g にメタノール 20 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液 5 mL にリボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 0.5 mL を加えて放置するとき，液は淡赤色～赤色を呈する．

灰　分〈5.01〉　6.0 % 以下．

エンゴサク

Corydalis Tuber

CORYDALIS TUBER

延胡索

本品は *Corydalis turtschaninovii* Besser forma *yanhusuo* Y. H. Chou et C. C. Hsu（*Papaveraceae*）の塊茎である．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，デヒドロコリダリン（デヒドロコリダリン硝酸塩として）0.08 % 以上を含む．

生薬の性状　本品はほぼ偏球形を呈し，径 1 ～ 2 cm で，一端に茎の跡がある．外面は灰黄色～灰褐色で質は堅く，破砕面は黄色で平滑又は灰黄緑色で粒状である．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦い．

確認試験　本品の粉末 0.5 g に希酢酸 10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 3 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 2 滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる．

乾燥減量〈5.01〉　15.0 % 以下．

灰　分〈5.01〉　3.0 % 以下．

成分含量測定法　本品の粉末約 1 g を精密に量り，メタノール/希塩酸混液（3：1）30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物はメタノール/希塩酸混液（3：1）15 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノール/希塩酸混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリンをデシケーター（シリカゲル）で 1 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノール/希塩酸混液（3：1）に溶かして正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のデヒドロコリダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

デヒドロコリダリン〔デヒドロコリダリン硝酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_7$）として〕の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 17.91 g を水 970 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 2.2 に調整する．この液に過塩素酸ナトリウム 14.05 g を加えて溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 450 mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 0.20 g を加えて溶かす．

流量：デヒドロコリダリンの保持時間が約 24 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン 1 mg 及び塩化ベルベリン 1 mg を水/アセトニトリル混液（20：9）20 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，デヒドロコリダリンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，試験を 6 回繰り返すとき，デヒドロコリダリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

オウギ

Astragalus Root

ASTRAGALI RADIX

黄耆

本品はキバナオウギ *Astragalus membranaceus* Bunge 又は *Astragalus mongholicus* Bunge（*Leguminosae*）の根である．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形を呈し，長さ 30 ～ 100 cm，径 0.7 ～ 2 cm で，ところどころに小さい側根の基部を付け，根頭部の近くはねじれている．外面は淡灰黄色～淡褐黄色で，不規則なあらい縦じわと横長の皮目ようの模様がある．折りにくく，折面は繊維性である．横切面をルーペ視するとき，最外層は周皮で，皮部は淡黄白色，木部は淡黄色，形成層付近はやや褐色を帯びる．皮部の厚さは木部の径の約 1/3 ～ 1/2 で，細いものでは木部から皮部にわたって白色の放射組織が認められるが，太いものではしばしば放射状の裂け目となっている．通例，髄は認めない．

本品は弱いにおいがあり，味は甘い．

純度試験

（1）　*Hedysarum* 属植物及びその他の根　本品の縦切片を

鏡検〈*5.01*〉するとき，繊維束の外辺にシュウ酸カルシウムの単晶を含む結晶細胞列を認めない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

オウゴン

Scutellaria Root

SCUTELLARIAE RADIX

黄芩

本品はコガネバナ *Scutellaria baicalensis* Georgi（*Labiatae*）の周皮を除いた根である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，バイカリン（$C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36）10.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は円すい状，半管状又は平板状で，長さ 5 ～ 20 cm，径 0.5 ～ 3 cm である．外面は黄褐色を呈し，粗雑で著明な縦じわを認め，ところどころに側根の跡及び褐色の周皮の破片を残す．上端には茎の跡又は茎の残基を付ける．老根では中心部の木部は腐朽し，またしばしばうつろとなる．質は堅いが折りやすい．折面は繊維性で黄色である．

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 5 分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発して得た残留物をエタノール（95）10 mL に溶かし，その 3 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は灰緑色を呈し，後に紫褐色に変わる．

（2） 本品の粉末 2 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 3 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*5.01*〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

定 量 法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，移動相 30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する．冷後，共栓遠心沈殿管に移し，遠心分離し，上澄液を分取する．還流抽出の際の容器は，移動相 30 mL で洗い，洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ，5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に移動相 30 mL を加え，5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にバイカリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

バイカリン（$C_{21}H_{18}O_{11}$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：277 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 146）/アセトニトリル混液（18：7）

流量：バイカリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：バイカリン標準品 1 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 2 mg をメタノールに溶かして 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，バイカリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

オウゴン末

Powdered Scutellaria Root

SCUTELLARIAE RADIX PULVERATA

黄芩末

本品は「オウゴン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，バイカリン（$C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36）10.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，ほとんどにおいがなく，味

はわずかに苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，少量のでんぷん粒を含む柔細胞の破片，網紋道管の破片，仮道管の破片，細長い石細胞を認め，更に少数のらせん紋道管及び木部繊維を認める．

確認試験

（1） 本品 0.5 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 5 分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発して得た残留物をエタノール（95）10 mL に溶かし，その 3 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は灰緑色を呈し，後に紫褐色に変わる．

（2） 本品 2 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 3 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品（別途水分を測定しておく）1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，シュウ酸カルシウムの結晶を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，移動相 30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する．冷後，共栓遠心沈殿管に移し，遠心分離し，上澄液を分取する．還流抽出の際の容器は，移動相 30 mL で洗い，洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ，5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に移動相 30 mL を加え，5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にバイカリン標準品約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

バイカリン（$C_{21}H_{18}O_{11}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：277 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 146）/アセトニトリル混液（18：7）

流量：バイカリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：バイカリン標準品 1 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 2 mg をメタノールに溶かして 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，バイカリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

オウセイ

Polygonatum Rhizome

POLYGONATI RHIZOMA

黄精

本品はナルコユリ *Polygonatum falcatum* A. Gray，カギクルマバナルコユリ *Polygonatum sibiricum* Redoute，*Polygonatum kingianum* Collett et Hemsley 又は *Polygonatum cyrtonema* Hua（*Liliaceae*）の根茎を，通例，蒸したものである．

生薬の性状 本品は不整の円柱状を呈し，長さ 3 ～ 10 cm，径 0.5 ～ 3 cm，又は不規則な結節塊状を呈し，長さ 5 ～ 10 cm，径 2 ～ 6 cm，ときに分枝する．外面は黄褐色～黒褐色を呈し，上面には中央部がへこんだ円形の地上茎の跡が節状に突出し，下面には根の跡があり，多数の鱗節及び細い縦溝がある．切面は平滑で，角質である．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層はクチクラで被われた細胞層の表皮からなり，その内側は柔組織で満たされる．柔組織中には多数の維管束及び粘液細胞が散在する．維管束は並立維管束又は外木包囲維管束であり，粘液細胞中にはシュウ酸カルシウムの束針晶が含まれる．

確認試験

（1） 本品の細切 0.5 g に無水酢酸 2 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する．

（2） 本品の細切 1.0 g に希塩酸 10 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和する．この液 3 mL にフェーリング試液 1 mL を加えて加温するとき，赤色の沈殿を生じる．

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

オウバク

Phellodendron Bark

PHELLODENDRI CORTEX

黄柏

本品はキハダ *Phellodendron amurense* Ruprecht 又は *Phellodendron chinense* Schneider（*Rutaceae*）の周皮を除いた樹皮である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81）として〕1.2 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は板状又は巻き込んだ半管状の皮片で，厚さ 2 ～ 4 mm である．外面は灰黄褐色～灰褐色で，多数の皮目の跡があり，内面は黄色～暗黄褐色で，細かい縦線を認めるが平滑である．折面は繊維性で鮮黄色を呈する．横切面をルーペ視するとき，皮部外層は黄色で薄く，石細胞が黄褐色の点状に分布する．皮部内層は厚く，一次放射組織は外方に向かうに従い幅が広がるので，二次皮部の一次放射組織間はほぼ三角形を呈し，その頂点に後生放射組織が集中する．師部繊維群は褐色で，階段状に並び，放射組織と交叉し，格子状を呈する．

本品は弱いにおいがあり，味は極めて苦く，粘液性で，だ液を黄色に染める．

確認試験

（1）　本品の粉末 1 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置し，ろ過する．ろ紙上の粉末を集め，エタノール（95）10 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，ろ過する．ろ液 2 ～ 3 滴に塩酸 1 mL を加え，過酸化水素試液 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　（1）のろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（3）　本品の粉末に水を加えてかき混ぜるとき，液は粘液のためゲル状を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉　11.0 % 以下（105 ℃，6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　7.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5 % 以下．

定 量 法　本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL 及び 20 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．最後の残留物にメタノール 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）として〕の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

オウバク末

Powdered Phellodendron Bark

PHELLODENDRI CORTEX PULVERATUS

黄柏末

本品は「オウバク」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81）として〕1.2 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は鮮黄色～黄色を呈し，弱いにおいがあり，味は極めて苦く，粘液性で，だ液を黄色に染める．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，しばしば結晶細胞列を伴う黄色で厚膜性の繊維束又は繊維の破片，これより少数で異形細胞を混じえる石細胞群，でんぷん粒及び油滴を含む柔細胞の破片，放射組織の破片，師部組織の破片，粘液塊及びこれを含む粘液細胞を認める．シュウ酸カルシウムの単晶は多数で径 7 ～ 20 μm，でんぷん粒は単粒及び 2 ～ 4 個の複粒で，単粒の径は 2 ～ 6 μm，油滴はズダンⅢ試液で赤く染まる．

確認試験

（1） 本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置し，ろ過する．ろ紙上の粉末を集め，エタノール（95）10 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，ろ過する．ろ液 2 ～ 3 滴に塩酸 1 mL を加え，過酸化水素試液 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）のろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（3） 本品に水を加えてかき混ぜるとき，液は粘液のためゲル状を呈する．

純度試験 ウコン 本品をろ紙上に置き，その上にジエチルエーテルを滴加し放置した後，粉末を除き，水酸化カリウム試液 1 滴を滴加するとき，赤紫色を呈しない．また，本品を鏡検〈5.01〉するとき，のり化でんぷん及び黄赤色の樹脂を含有する分泌細胞を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 11.0 % 以下（105 ℃，6 時間）．

灰 分〈5.01〉 7.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL 及び 20 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．最後の残留物にメタノール 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）として〕の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

パップ用複方オウバク散

Compound Phellodendron Powder for Cataplasm

製 法

オウバク末	660 g
サンシシ末	325 g
d-又は *dl*-カンフル	10 g
dl-又は *l*-メントール	5 g
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品は黄褐色の粉末で，特異なにおいがある．

確認試験 本品 0.2 g にメタノール 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（オウバク）．

貯 法 容 器 気密容器．

オウバク・タンナルビン・ビスマス散

Phellodendron, Albumin Tannate and Bismuth Subnitrate Powder

本品は定量するとき，ビスマス（Bi：208.98）として 12.9 ～ 16.3 % を含む．

製　法

オウバク末	300 g
タンニン酸アルブミン	300 g
次硝酸ビスマス	200 g
ロートエキス	10 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに，「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性　状　本品は帯褐黄色で味は苦い．

確認試験

（1）　本品 0.1 g にメタノール 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（オウバク）．

（2）　本品 0.3 g にエタノール（95）20 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青緑色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる（タンニン酸アルブミン）．

（3）　本品 0.3 g に薄めたピリジン（1 → 5）10 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液にニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 1 mL を加え，水浴中で加熱するとき，液は青色を呈する（タンニン酸アルブミン）．

（4）　本品 0.5 g に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加えて加温し，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はビスマス塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

定 量 法　本品約 0.7 g を精密に量り，水 10 mL 及び薄めた硝酸（1 → 3）20 mL を加えてよく振り混ぜ，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に硝酸ビスマス五水和物約 0.23 g を精密に量り，薄めた硝酸（1 → 3）20 mL 及び水を加えて溶かし正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，それぞれの液の吸光度 A_T 及び A_S を測定する．また，薄めた硝酸（1 → 3）20 mL をとり，以下標準溶液と同様に操作して得た液につき吸光度 A_0 を測定する．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：ビスマス中空陰極ランプ
波長：223.1 nm

ビスマス（Bi）の量（mg）
$= W \times \{(A_T - A_0) / (A_S - A_0)\} \times 0.4308$

W：硝酸ビスマス五水和物の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

オウレン

Coptis Rhizome

COPTIDIS RHIZOMA

黄連

本品はオウレン *Coptis japonica* Makino，*Coptis chinensis* Franchet，*Coptis deltoidea* C.Y. Cheng et Hsiao 又は *Coptis teeta* Wallich（*Ranunculaceae*）の根をほとんど除いた根茎である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81）として〕4.2 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は不整の円柱形で長さ 2 ～ 4 cm，まれに 10 cm に達し，径 0.2 ～ 0.7 cm で多少湾曲し，しばしば分枝する．外面は灰黄褐色を呈し，輪節があり，多数の根の基部を認める．おおむね一端に葉柄の残基がある．折面はやや繊維性で，コルク層は淡灰褐色，皮部及び髄は黄褐色～赤黄褐色，木部は黄色～赤黄色である．

本品は弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性で，だ液を黄色に染める．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は薄膜のコルク細胞からなり，皮部柔組織中にはコルク層に近い部位に石細胞群，形成層に近い部位に黄色の師部繊維を認めるものが多い．木部は主として道管，仮道管，木部繊維からなり，放射組織は明らかで，髄は大きく，髄中には石細胞又は厚膜木化した細胞を伴う石細胞を認めることがある．柔細胞には細かいでんぷん粒を含む．

確認試験

（1）　本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，ろ過する．ろ液 2 ～ 3 滴に塩酸 1 mL を加え，過酸化水素試液 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の粉末 0.5 g にメタノール 20 mL を加え，2 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）

を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉 11.0 % 以下（105 ℃，6 時間）．

灰　分〈5.01〉 4.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

定 量 法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL 及び 20 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．最後の残留物にメタノール 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）として〕の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

オウレン末

Powdered Coptis Rhizome

COPTIDIS RHIZOMA PULVERATUM

黄連末

本品は「オウレン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81）として〕4.2 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は黄褐色～灰黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性で，だ液を黄色に染める．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，ほとんどすべての要素は黄色を呈し，道管の破片，仮道管の破片，木部繊維の破片，でんぷん粒を含む柔細胞，多角性のコルク組織，通例，円形～鈍多角形を呈する石細胞又はその群，径 10 ～ 20 μm の師部繊維又はその束の破片を認め，更に多角性で細長く膜が特異な肥厚を示す葉柄の表皮細胞を認めるものがある．でんぷん粒は単粒で，径 1 ～ 7 μm である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水 10 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，ろ過する．ろ液 2 ～ 3 滴に塩酸 1 mL を加え，過酸化水素試液 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.5 g にメタノール 20 mL を加え，2 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色～黄緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） オウバク 本品を鏡検〈5.01〉するとき，結晶細胞列又は粘液塊を認めない．また，本品 0.5 g に水 2 mL を加えてかき混ぜるとき，液はゲル状を呈しない．

（2） ウコン 本品をろ紙上に置き，その上にジエチルエーテルを滴加し放置した後，粉末を除き，水酸化カリウム試液 1 滴を滴加するとき，赤紫色を呈しない．また，本品を鏡検〈5.01〉するとき，のり化でんぷん及び黄赤色の樹脂を含有する分泌細胞を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 11.0 % 以下（105 ℃，6 時間）．

灰　分〈5.01〉 4.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール/希塩酸混液（100：1）30 mL 及び 20 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．最後の残留物にメタノール 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T

及び A_S を測定する．

ベルベリン〔ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）として〕の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

操作条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）
カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす．
流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．
カラムの選定：ベルベリン塩化物標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

オンジ
Polygala Root
POLYGALAE RADIX
遠志

本品はイトヒメハギ *Polygala tenuifolia* Willdenow（*Polygalaceae*）の根である．

生薬の性状 本品は屈曲した細長い円柱形又は円筒形を呈し，主根は長さ 10 ～ 20 cm，径 0.2 ～ 1 cm で，ときには 1 ～ 数個の側根が付いている．外面は淡灰褐色で，あらい縦じわがあり，また，ところどころに深い横じわがあって多少割れ込んでいる．折りやすく，折面は繊維性ではない．横切面は辺縁が不規則に起伏し，皮部は比較的厚く，ところどころに大きな裂け目があり，木部は通例，円形～だ円形，淡褐色で，しばしばくさび形に裂けている．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかにえぐい．

確認試験
（1） 本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．
（2） 本品の粉末 0.5 g に無水酢酸 2 mL を加えてよく振り混ぜ，2 分間放置した後，ろ過し，ろ液に硫酸 1 mL を穏やかに加えるとき，境界面は初め赤褐色を呈し，後に暗緑色に変わる．

純度試験
（1） 茎 本品は茎 10.0 % 以上を含まない．
（2） 異物〈5.01〉 本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．
（3） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

灰 分〈5.01〉 6.0 % 以下．

オンジ末
Powdered Polygala Root
POLYGALAE RADIX PULVERATA
遠志末

本品は「オンジ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡黄灰褐色を呈し，弱いにおいがあり，味はわずかにえぐい．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，コルク組織の破片，孔紋及び網紋道管の破片，仮道管の破片，少数の単膜孔のある木部柔細胞の破片，木部繊維の破片，油滴状の内容物やシュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を含む柔細胞の破片を認める．油滴状の内容物はズダンⅢ試液で赤く染まる．

確認試験
（1） 本品 0.5 g に水 10 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．
（2） 本品 0.5 g に無水酢酸 2 mL を加えてよく振り混ぜ，2 分間放置した後，ろ過し，ろ液に硫酸 1 mL を穏やかに加えるとき，境界面は初め赤褐色を呈し，後に暗緑色に変わる．

純度試験
（1） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞及びでんぷん粒を認めない．
（2） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

灰 分〈5.01〉 6.0 % 以下．

カゴソウ
Prunella Spike
PRUNELLAE SPICA
夏枯草

本品はウツボグサ *Prunella vulgaris* Linné var. *lilacina* Nakai（*Labiatae*）の花穂である．

生薬の性状 本品はほぼ円柱形で麦穂状を呈し，長さ 3 ～ 6 cm，径 1 ～ 1.5 cm，灰褐色である．花穂は多数の包葉及びがく筒を付け，上部にはしばしば花冠が残存する．通例，がく中に四分果があり，包葉は心形～偏心形で，がくと共に脈上に白色の毛がある．質は軽い．

本品はほとんどにおい及び味がない．

純度試験
（1） 茎 本品は茎 5.0 % 以上を含まない．
（2） 異物〈5.01〉 本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰 分〈5.01〉 13.0 % 以下．
酸不溶性灰分〈5.01〉 5.0 % 以下．

カシュウ

Polygonum Root

POLYGONI MULTIFLORI RADIX

何首烏

本品はツルドクダミ *Polygonum multiflorum* Thunberg（*Polygonaceae*）の塊根で，しばしば輪切される．

生薬の性状 本品はほぼ紡錘形を呈し，長さ 10 ～ 15 cm，径 2 ～ 5 cm．外面は赤褐色～暗褐色で，あらいしわがある．横切面は淡赤褐色又は淡灰褐色で，中央部に大型の維管束とその回りに小形の多数の異常維管束が不規則に散在する．質は重く堅い．

本品は特異な弱いにおいがあり，味は渋くてやや苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は数層のコルク層からなり，コルク細胞には褐色の物質が含まれる．皮層は柔組織からなる．各異常維管束は環状の形成層とそれを挟む師部と木部からなる．師部に外接して繊維が見られる．根の中心部は木化している．柔組織中には単粒及び 2 ～ 8 個の複粒のでんぷん粒とシュウ酸カルシウムの集晶を含む．でんぷん粒のへそは明瞭である．

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 10 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/メタノール/酢酸（100）混液（200：10：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.3 付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 5.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　17.0 % 以上．

ガジュツ

Zedoary

ZEDOARIAE RHIZOMA

莪述

本品はガジュツ *Curcuma zedoaria* Roscoe（*Zingiberaceae*）の根茎を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状 本品はほぼ卵形を呈し，長さ 4 ～ 6 cm，径 2.5 ～ 4 cm である．外面は灰黄褐色～灰褐色で，節は環状に隆起し，節間は 0.5 ～ 0.8 cm で，細かい縦じわ，根を除いた跡及び分枝した根茎の小隆起がある．ルーペ視するとき，外面に粗毛を認める．角質で切りにくく，その横切面は灰褐色で，皮層は厚さ 2 ～ 5 mm，中心柱は広く，これらの境は淡灰褐色の線として認められる．

本品は特異なにおいがあり，味は辛くて苦く，清涼である．

灰　分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.5 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

カッコン

Pueraria Root

PUERARIAE RADIX

葛根

本品はクズ *Pueraria lobata* Ohwi（*Leguminosae*）の周皮を除いた根である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，プエラリン（$C_{21}H_{20}O_9$：416.38）2.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は，通例，一辺約 0.5 cm の不正六面体に切断したもの，又は長さ 20 ～ 30 cm，幅 5 ～ 10 cm，厚さ約 1 cm の板状に縦割したもので，外面は淡灰黄色～灰白色を呈する．横切面には形成層の特殊な発育による同心性の輪層又はその一部が認められる．ルーペ視するとき，師部は淡灰黄色，木部は多数の道管が小点として認められ，放射組織はやや陥没する．縦切面には繊維性の木部と柔組織とが交互に縦紋を形成する．本品は縦に割れやすく，折面は極めて繊維性である．

本品はにおいがなく，味はわずかに甘い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，師部には結晶細胞列を伴う繊維束，木部には道管及び木部繊維が著しく，柔組織には多数のでんぷん粒が認められる．でんぷん粒は多面体の単粒，まれに 2 ～ 3 個からなる複粒で，長径 2 ～ 18 μm，多くは 8 ～ 12 μm，中央にへそ又は欠裂を認め，層紋がある．

確認試験 本品の粉末 2 g にメタノール 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にプエラリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（12：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

定 量 法 本品の粉末約 0.3 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にプエラリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，

次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のプエラリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

プエラリン（$C_{21}H_{20}O_9$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したプエラリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（9：1）

流量：プエラリンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プエラリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プエラリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

葛根湯エキス
Kakkonto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，総アルカロイド〔エフェドリン（$C_{10}H_{15}NO$：165.23）及びプソイドエフェドリン（$C_{10}H_{15}NO$：165.23）〕9 ～ 27 mg（マオウ 3 g の処方），12 ～ 36 mg（マオウ 4 g の処方），ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46）14 ～ 42 mg（シャクヤク 2 g の処方），21 ～ 63 mg（シャクヤク 3 g の処方）及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93） 19 ～ 57 mg を含む．

製　法　「カッコン」8 g，「マオウ」4 g，「タイソウ」4 g，「ケイヒ」3 g，「シャクヤク」3 g，「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」1 g，又は「カッコン」4 g，「マオウ」4 g，「タイソウ」3 g，「ケイヒ」2 g，「シャクヤク」2 g，「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」1 g，又は「カッコン」4 g，「マオウ」3 g，「タイソウ」3 g，「ケイヒ」2 g，「シャクヤク」2 g，「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」1 g，又は「カッコン」4 g，「マオウ」3 g，「タイソウ」3 g，「ケイヒ」2 g，「シャクヤク」2 g，「カンゾウ」2 g 及び「ショウキョウ」2 g の生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性　状　本品は淡褐色～褐色の粉末で，特異なにおいがあり，味は初め甘く，後に辛く，やや苦い．

確認試験

（1）　本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプエラリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（カッコン）．

（2）　本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に塩酸エフェドリン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（マオウ）．

（3）　本品 10 g を 300 mL の硬質ガラスフラスコに入れ，水 100 mL 及びシリコン樹脂 1 mL を加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，更にヘキサン 2 mL を加える．1 時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄だいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ケイヒ）．

（4）　本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（シャクヤク）．

（5） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）．

（6） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ショウキョウ）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，エキス剤（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 10.0 % 以下．

定 量 法

（1） 総アルカロイド〔エフェドリン及びプソイドエフェドリン〕 本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液のエフェドリン及びプソイドエフェドリンのピーク面積 A_{TE} 及び A_{TP} 並びに標準溶液のエフェドリンのピーク面積 A_S を測定する．

総アルカロイド〔エフェドリン（$C_{10}H_{15}NO$）及びプソイドエフェドリン（$C_{10}H_{15}NO$）〕の量（mg）

$= W_S \times \{(A_{TE} + A_{TP}) / A_S\} \times 0.819 \times (1 / 10)$

W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 130）/アセトニトリル/リン酸混液（650：350：1）

流量：毎分 1.0 mL（エフェドリンの保持時間約 27 分）

システム適合性

システムの性能：定量用塩酸エフェドリン及び塩酸プソイドエフェドリン 1 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プソイドエフェドリン，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） ペオニフロリン 本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL を正確に量り，あらかじめ，カラムクロマトグラフィー用ポリアミド 2 g を用いて調製したカラムに入れ，水で流出させ正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（850：150：1）

流量：毎分 1.0 mL（ペオニフロリンの保持時間約 9

分）

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（3） グリチルリチン酸　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（13：7）

流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

カノコソウ

Japanese Valerian

VALERIANAE RADIX

吉草根

本品はカノコソウ *Valeriana fauriei* Briquet（*Valerianaceae*）の根及び根茎である．

生薬の性状　本品は倒卵円形の短い根茎の周囲に多くの細長い根を付けたもので，外面は暗褐色～灰褐色を呈する．根は長さ 10 ～ 15 cm，径 0.1 ～ 0.3 cm，外面に細かい縦じわがあり，折りやすい．根茎は長さ 1 ～ 2 cm，径 1 ～ 2 cm，上端には芽及び茎の残基があり，質は堅く折りにくい．その側面にストロンが付いていることがあり，ストロンは太くて短いか，又は細長くて極めて小さいりん片葉を持つ．根の横切面をルーペ視するとき，皮層は淡灰褐色で厚く，中心柱は灰褐色を呈する．

本品は強い特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

灰　分〈*5.01*〉 10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.3 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

貯　法　容　　器　気密容器．

カノコソウ末

Powdered Japanese Valerian

VALERIANAE RADIX PULVERATA

吉草根末

本品は「カノコソウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は暗灰褐色を呈し，やや湿った感があり，強い特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒，これを含む柔細胞の破片，孔紋，網紋，環紋及びらせん紋道管の破片，油滴を含み膜がコルク化して娘細胞に分かれた外皮の破片，根茎又はストロンにある黄色の石細胞の破片，極めてまれに，表皮の破片，繊維の破片を認める．でんぷん粒は径 10 ～ 20 μm の単粒及び 2 ～ 4 個からなる複粒で，油滴はズダンⅢ試液で赤く染まる．

灰　分〈*5.01*〉 10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.2 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

貯　法　容　　器　気密容器．

加味逍遙散エキス

Kamishoyosan Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46）28 ～ 84 mg，ゲニポシド 25 ～ 75 mg 及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）12 ～ 36 mg（カンゾウ 1.5 g の処方），16 ～ 48 mg（カンゾウ 2 g の処方）を含む．

製　法　「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「サイコ」3 g，「ボタンピ」2 g，「サンシシ」2 g，「カンゾウ」2 g，「ショウキョウ」1 g 及び「ハッカ」1 g，又は「トウキ」3 g，「シャクヤク」3 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「サイコ」3 g，「ボタンピ」2 g，

「サンシシ」2 g,「カンゾウ」1.5 g,「ショウキョウ」1 g 及び「ハッカ」1 g，又は「トウキ」3 g,「シャクヤク」3 g,「ビャクジュツ」3 g,「ブクリョウ」3 g,「サイコ」3 g,「ボタンピ」2 g,「サンシシ」2 g,「カンゾウ」1.5 g,「ショウキョウ」1.5 g 及び「ハッカ」1 g，又は「トウキ」3 g,「シャクヤク」3 g,「ビャクジュツ」3 g,「ブクリョウ」3 g,「サイコ」3 g,「ボタンピ」2 g,「サンシシ」2 g,「カンゾウ」1.5 g,「ショウキョウ」0.5 g 及び「ハッカ」1 g の生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性　状　本品は黄褐色～褐色の粉末で，わずかににおいがあり，味は甘く，やや辛く，後に苦い．

確認試験

（1）　本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 (*Z*)-リグスチリド 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長　365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（トウキ）．

（2）　本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にアルビフロリン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（6：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（シャクヤク）．

（3）（ビャクジュツ配合処方）　本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ビャクジュツ）．

（4）（ソウジュツ配合処方）　本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する（ソウジュツ）．

（5）　本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（サイコ）．

（6）　本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 15 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 1 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/ジエチルエーテル混液（5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ボタンピ）．

（7）　本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（6：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒ

ド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（サンシシ）．

（8） 本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）．

（9） 本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ショウキョウ）．

(10) 本品 2.0 g をとり，薄めたリン酸（1 → 30）10 mL を加えて振り混ぜた後，酢酸エチル 15 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に「ハッカ」の粉末 0.2 g に薄めたリン酸（1 → 30）10 mL を加えて振り混ぜた後，酢酸エチル 15 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/ギ酸混液（10：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポット（R_f 値 0.6 付近）と色調及び R_f 値が等しい（ハッカ）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，エキス剤（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 9.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 10.0 % 以下．

定 量 法

（1） ペオニフロリン　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（850：150：1）

流量：毎分 1.0 mL（ペオニフロリンの保持時間約 9 分）

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） ゲニポシド　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に成分含量測定用ゲニポシドをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ゲニポシドの量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：成分含量測定用ゲニポシドの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（900：100：1）
流量：毎分 1.0 mL（ゲニポシドの保持時間約 10 分）
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ゲニポシドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（3） グリチルリチン酸　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（13：7）
流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

カロコン

Trichosanthes Root
TRICHOSANTHIS RADIX
栝楼根

本品は *Trichosanthes kirilowii* Maximowicz，キカラスウリ *Trichosanthes kirilowii* Maximowicz var. *japonicum* Kitamura又はオオカラスウリ *Trichosanthes bracteata* Voigt（*Cucurbitaceae*）の皮層を除いた根である．

生薬の性状　本品は不整の円柱形を呈し，長さ 5 ～ 10 cm，径 3 ～ 5 cm，しばしば縦割されている．外面は淡黄白色で，不規則な維管束の走行が帯褐黄色に認められる．折面はやや繊維性で淡黄色である．横切面をルーペ視するとき，幅の広い放射組織及び帯褐黄色の道管によるはん点又は小孔を認める．

本品はにおいがなく，味はわずかに苦い．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈5.01〉 4.0 % 以下．

カンキョウ

Processed Ginger
ZINGIBERIS PROCESSUM RHIZOMA
乾姜

本品はショウガ *Zingiber officinale* Roscoe（*Zingiberaceae*）の根茎を湯通し又は蒸したものである．

生薬の性状　本品は偏圧した不規則な塊状でしばしば分枝する．分枝した各部はやや湾曲した卵形又は長卵形を呈し，長さ 2 ～ 4 cm，径 1 ～ 2 cm である．外面は灰黄色～灰黄褐色で，しわ及び輪節がある．折面は褐色～暗褐色で透明感があり角質である．横切面をルーペ視するとき皮層と中心柱は区分され，全面に維管束が散在する．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外側よりコルク層，皮層，内皮，中心柱が認められる．皮層と中心柱は一層の内皮によって区分される．皮層及び中心柱は柔組織からなり，繊維束で囲まれた維管束が散在する．柔組織中には黄色の油よう物質を含む油細胞が散在し，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶が含まれ，でんぷんはのり化している．

確認試験　本品の粉末 2 g にジエチルエーテル 5 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液（1）とする．残留物にメタノール 5 mL を加え，同様に操作し，試料溶液（2）とする．別に薄層クロマトグラフィー用[6]-ショーガオール 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液（1）とする．また，白糖 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液（1）及び標準溶液（1）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液（1）から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標

準溶液（1）から得た緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．また，試料溶液（2）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（8：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1,3-ナフタレンジオール試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液（2）から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは標準溶液（2）から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉 15.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　8.0 % 以上．

カンゾウ

Glycyrrhiza

GLYCYRRHIZAE RADIX

甘草

本品は *Glycyrrhiza uralensis* Fischer 又は *Glycyrrhiza glabra* Linné（*Leguminosae*）の根及びストロンで，ときには周皮を除いたもの（皮去りカンゾウ）である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）2.5 % 以上を含む．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形を呈し，径 0.5 ～ 3.0 cm，長さ 1 m 以上に及ぶ．外面は暗褐色～赤褐色で縦じわがあり，しばしば皮目，小芽及びりん片葉を付ける．周皮を除いたものは外面が淡黄色で繊維性である．横切面では，皮部と木部の境界がほぼ明らかで，放射状の構造を現し，しばしば放射状にさけ目がある．ストロンに基づくものでは髄を認めるが，根に基づくものではこれを認めない．

本品は弱いにおいがあり，味は甘い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，黄褐色の多層のコルク層とその内層に 1 ～ 3 細胞層のコルク皮層がある．皮部には放射組織が退廃師部と交互に放射状に配列し，師部には結晶細胞列で囲まれた厚膜で木化不十分な師部繊維群がある．周皮を除いたものでは師部の一部を欠くものがある．木部には黄色で巨大な道管の列と 3 ～ 10 細胞列の放射組織が交互に放射状に配列する．道管は結晶細胞列で囲まれた木部繊維及び木部柔細胞を伴う．ストロンに基づくものでは柔細胞性の髄がある．柔細胞はでんぷん粒を含み，また，しばしばシュウ酸カルシウムの単晶を含む．

確認試験　本品の粉末 2 g にエタノール（95）/水混液（7：3）10 mL を加え，水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品 5 mg をエタノール（95）/水混液（7：3）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 25.0 % 以上．

定 量 法　本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール 70 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール 25 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，希エタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（3：2）

流量：グリチルリチン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：グリチルリチン酸標準品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 1 mg を希エタノールに溶かして 20 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

カンゾウ末

Powdered Glycyrrhiza

GLYCYRRHIZAE RADIX PULVERATA

甘草末

本品は「カンゾウ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）2.5 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は淡黄褐色又は淡黄色～灰黄色（皮去りカンゾウの粉末）を呈し，弱いにおいがあり，味は甘い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主として結晶細胞列を伴う黄色の厚膜性の繊維束，孔紋，網紋及び階紋の膜孔と単穿孔のある径 80 ～ 200 μm の道管，でんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの単晶を含む柔細胞並びにそれらの破片，コルク組織を認める．皮去りカンゾウの粉末ではコルク組織を認めないか，又は認めてもわずかである．でんぷん粒は単粒で径は 2 ～ 20 μm，シュウ酸カルシウムの単晶は径 10 ～ 30 μm である．

確認試験 本品 2 g にエタノール（95）/水混液（7：3）10 mL を加え，水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品 5 mg をエタノール（95）/水混液（7：3）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞を認めない．

（4） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 25.0 % 以上．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール 70 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール 25 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，希エタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（3：2）

流量：グリチルリチン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：グリチルリチン酸標準品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 1 mg を希エタノールに溶かして 20 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

カンゾウエキス

Glycyrrhiza Extract

甘草エキス

本品は定量するとき，グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）4.5 % 以上を含む．

製 法 「カンゾウ」又は「カンゾウ」の規格に合致する同属植物（*Leguminosae*）由来の根及びストロンの細切 1 kg に「常水」又は「精製水」5 L を加え，2 日間冷浸し，布ごした後，更に「常水」又は「精製水」3 L を加えて 12 時間冷浸し布ごしする．ろ液を合わせ，蒸発して 3 L とし，冷後，「エタノール」1 L を加えて 2 日間冷所に放置した後，ろ過し，ろ液を蒸発して軟エキスとする．

性 状 本品は褐色～黒褐色の軟エキスで，特異なにおいがあり，味は甘い．

本品は水に澄明又はわずかに混濁して溶ける．

確認試験 本品 0.8 g にエタノール（95）/水混液（7：3）10 mL を加え，2 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下「カンゾウ」の確認試験を準用する．

純度試験 不溶物 本品 2.0 g を水 18 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 10 mL にエタノール（95）5 mL を加えるとき，液は澄明である．

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール 25 mL を加え，ときどき振り混ぜながら 50 ℃ で 30 分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液を分

取する．残留物は更に希エタノール 20 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，希エタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．以下「カンゾウ」の定量法を準用する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

カンゾウ粗エキス
Crude Glycyrrhiza Extract
甘草羔

本品は定量するとき，グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）6.0 % 以上を含む．

製　法　本品は「カンゾウ」又は「カンゾウ」の規格に合致する同属植物（*Leguminosae*）由来の根及びストロンの粗末に「常水」又は「精製水」を加えて煮沸し，加圧ろ過して得たろ液を蒸発して製する．

性　状　本品はつやのある暗黄赤色～黒褐色の板状，棒状若しくは塊状又は黄褐色の粉末である．本品で板状，棒状又は塊状のものは，寒冷時は砕きやすく，その破砕面は暗黄赤色で，貝がらのようでつやがあり，温時は柔軟性である．

本品は特異なにおいがあり，味は甘い．

本品は水に混濁して溶ける．

確認試験　本品 0.6 g にエタノール（95）/水混液（7：3）10 mL を加え，必要があれば加温して溶かし，冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下「カンゾウ」の確認試験を準用する．

純度試験

（1）　水不溶物　本品の粉末 5.0 g に水 100 mL を加えて煮沸し，冷後，質量既知のろ紙を用いてろ過し，水洗した後，残留物を 105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 1.25 g 以下である．

（2）　異物　（1）のろ液は強い苦味がない．

（3）　でんぷん　本品の粉末約 1 g に水を加えて 20 mL とし，よく振り混ぜてろ過し，ろ紙上の残留物を鏡検するとき，でんぷん粒を認めない．

灰　分〈*5.01*〉　12.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，希エタノール 25 mL を加え，ときどき振り混ぜながら 50 ℃ で 30 分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に希エタノール 20 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，希エタノールに溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．以下「カンゾウ」の定量法を準用する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

カンテン
Agar
AGAR
寒天

本品はマクサ（テングサ）*Gelidium amansii* Lamouroux，その他同属植物（*Gelidiaceae*）又は諸種紅そう類（*Rhodophyta*）から得た粘液を凍結脱水したものである．

生薬の性状　本品は半透明な白色で，四面柱体，線状又はりん片状の細片で，四面柱体のものは長さ約 26 cm，切り口約 4 cm 平方，線状のものは長さ約 35 cm，幅約 3 mm，りん片状のものは長さ約 3 mm の細片で，外面にしわ及び多少の光沢があり，質は軽くしなやかである．

本品はにおいがなく，味はないが粘滑性である．

本品は有機溶剤にほとんど溶けない．

本品の沸騰水溶液（1 → 100）は中性である．

確認試験

（1）　本品の破片にヨウ素試液を滴加するとき，暗青色～帯赤紫色を呈する．

（2）　本品 1 g に水 65 mL を加え，10 分間絶えずかき混ぜながら煮沸して溶かし，蒸発した水分を熱湯で補う．この液は澄明であり，30 ～ 39 ℃ に冷却するとき，弾力性のゲルとなり，これを加熱するとき，85 ℃ 以下で溶けない．

純度試験

（1）　硫酸　本品 1.0 g に水 100 mL を加え，煮沸して溶かすとき，液は酸性を呈しない．

（2）　亜硫酸及びでんぷん　（1）の液 5 mL にヨウ素試液 2 滴を加えるとき，試液の色は直ちに消えない．また，液は青色を呈しない．

（3）　不溶物　本品 7.5 g に水 500 mL を加え，15 分間煮沸した後，水を加えて正確に 500 mL とし，この液 100 mL を正確に量り，熱湯 100 mL を加え，沸騰するまで加熱し，質量既知のガラスろ過器（G3）を用いて熱時ろ過し，残留物を少量の熱湯で洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その量は 15.0 mg 以下である．

（4）　水分吸収度　本品 5.0 g に水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜ，25 ℃ で 24 時間放置した後，潤したガラスウールを用いて 100 mL のメスシリンダーにろ過するとき，ろ液の量は 75 mL 以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉　22.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　4.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5 % 以下．

カンテン末

Powdered Agar

AGAR PULVERATUM

寒天末

本品は「カンテン」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は白色を呈し，においはなく，味はないが粘滑性である．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈*5.01*〉するとき，線条のあるやや有角性の粒からなるものと，径 5 ～ 60 μm のほぼ球状の粒からなるものとがある．

本品は抱水クロラール試液によって透明となる．

本品は有機溶剤にほとんど溶けない．

本品の沸騰水溶液（1 → 100）は中性である．

確認試験

（1） 本品にヨウ素試液を滴加するとき，暗青色～帯赤紫色を呈する．

（2） 本品 1 g に水 65 mL を加え，10 分間絶えずかき混ぜながら煮沸して溶かし，蒸発した水分を熱湯で補う．この液は澄明であり，30 ～ 39 ℃ に冷却するとき，弾力性のゲルとなり，これを加熱するとき，85 ℃ 以下で溶けない．

純度試験

（1） 硫酸 本品 1.0 g に水 100 mL を加え，煮沸して溶かすとき，液は酸性を呈しない．

（2） 亜硫酸及びでんぷん （1）の液 5 mL にヨウ素試液 2 滴を加えるとき，試液の色は直ちに消えない．また，液は青色を呈しない．

（3） 不溶物 本品 7.5 g に水 500 mL を加え，15 分間煮沸した後，水を加えて正確に 500 mL とし，この液 100 mL を正確に量り，熱湯 100 mL を加え，沸騰するまで加熱し，質量既知のガラスろ過器（G3）を用いて熱時ろ過し，残留物を少量の熱湯で洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その量は 15.0 mg 以下である．

（4） 水分吸収度 本品 5.0 g に水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜ，25 ℃ で 24 時間放置した後，潤したガラスウールを用いて 100 mL のメスシリンダーにろ過するとき，ろ液の量は 75 mL 以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉 22.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 4.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 0.5 % 以下．

貯 法 容 器 気密容器．

キキョウ

Platycodon Root

PLATYCODI RADIX

桔梗根

本品はキキョウ *Platycodon grandiflorum* A. De Candolle（*Campanulaceae*）の根である．

生薬の性状 本品は不規則なやや細長い紡錘形～円すい形を呈し，しばしば分枝し，外面は灰褐色，淡褐色又は白色である．主根は長さ 10 ～ 15 cm，径 1 ～ 3 cm で，上端に茎を除いた跡がくぼみとなって残り，その付近に細かい横じわと縦みぞがあり，多少くびれている．根頭部を除く根の大部分にはあらい縦じわ及び横みぞがあり，また皮目ようの横線がある．質は堅いが折りやすい．折面は繊維性でなく，しばしば大きなすき間がある．横切面をルーペ視するとき，形成層の付近はしばしば褐色を帯びる．皮部の厚さは木部の径よりやや薄く，ほとんど白色で，ところどころにすき間があり，木部は白色～淡褐色を呈し，その組織は皮部よりもやや密である．

本品はわずかににおいがあり，味は初めなく，後にえぐくて苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，煮沸した後，放冷し，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品の粉末 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加えて水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤色～赤褐色を呈し，上層は青緑色～緑色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰 分〈*5.01*〉 4.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 25.0 % 以上．

キキョウ末

Powdered Platycodon Root

PLATYCODI RADIX PULVERATA

桔梗根末

本品は「キキョウ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡灰黄色～淡灰褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は初めなく，後にえぐくて苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多くの無色の柔細胞の破片，網紋及び階紋道管の破片，師管の破片，乳管の破片を認め，コルク組織の破片を認めることがある．でんぷん粒は，通例，認められないが，極めてまれに単粒を認めることがある．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水 10 mL を加え，煮沸した後，放冷し，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加えて水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤色～赤褐色を呈し，上層は青緑色～緑色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，繊維，石細胞及びその他の異物を認めない．

灰　分〈*5.01*〉　4.0 % 以下.
酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下.
エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　25.0 % 以上.

キキョウ流エキス
Platycodon Fluidextract

製　法　本品は「キキョウ」の粗末をとり，25 vol% エタノールを用い，流エキス剤の製法により製する．ただし，25 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．
性　状　本品は赤褐色の液で，水にわずかに混濁して混和し，味は初め緩和で，後にえぐくて苦い．
確認試験
（1）　本品 0.5 mL に水 10 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．
（2）　本品 1 滴を無水酢酸 2 mL に溶かし，硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤色～赤褐色を呈する．
純度試験　でんぷん　本品 1 mL に水 4 mL を混和し，これに希ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は紫色又は青色を呈しない．
成分含量　本品 5 mL を正確に質量既知のビーカーにとり，水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，残留物の量は 0.50 g 以上である．
貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

キクカ
Chrysanthemum Flower
CHRYSANTHEMI FLOS
菊花
キッカ

本品は 1) キク *Chrysanthemum morifolium* Ramatulle 又は 2) シマカンギク *Chrysanthemum indicum* Linné（*Compositae*）の頭花である．
生薬の性状
1) 本品は径 15 ～ 40 mm の頭花で，総ほうは 3 ～ 4 列の総ほう片からなり，総ほう外片は線形～ひ針形，内片は狭卵形～卵形を呈する．舌状花は多数で，類白色～黄色，管状花は少数で淡黄褐色を呈し，ときに退化して欠くことがある．総ほうの外面は緑褐色～褐色を呈する．質は軽く，砕きやすい．
本品は特有のにおいがあり，味はわずかに苦い．
2) 本品は径 3 ～ 10 mm の頭花で，総ほうは 3 ～ 5 列の総ほう片からなり，総ほう外片は線形～ひ針形，内片は狭卵形～卵形を呈する．舌状花は一輪で，黄色～淡黄褐色，管状花は多数で淡黄褐色を呈する．総ほうの外面は黄褐色～褐色を呈する．質は軽く，砕きやすい．
本品は特有のにおいがあり，味はわずかに苦い．
確認試験　本品の粉末 1 g にメタノール 20 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液の溶媒を留去し，残留物をメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ルテオリン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液（25：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．
乾燥減量〈*5.01*〉　15.0 % 以下（6 時間）.
灰　分〈*5.01*〉　8.5 % 以下.
酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下.
エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0 % 以上.

キササゲ
Catalpa Fruit
CATALPAE FRUCTUS

本品はキササゲ *Catalpa ovata* G. Don 又は *Catalpa bungei* C. A. Meyer（*Bignoniaceae*）の果実である．
生薬の性状　本品は細長い棒状を呈し，長さ 30 ～ 40 cm，径約 0.5 cm である．外面は暗褐色で，内部には多数の種子がある．種子は偏平又はやや半管状を呈し，長さ約 3 cm，幅約 0.3 cm，灰褐色で，その両端は毛状を呈し，毛状部は長さ各約 1 cm である．本品の果皮は薄く，折れやすい．
本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに渋い．
確認試験　本品の粉末 1.0 g に水 20 mL を加え，水浴上で 5 分間加温し，直ちにろ過する．ろ液を分液漏斗に入れ，1-ブタノール 20 mL ずつで 2 回抽出する．全抽出液を合わせ，水浴上で 1-ブタノールを減圧留去し，残留物をメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液とする．別にパラオキシ安息香酸 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール(99.5)/水混液（20：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．また，試料溶液から得たパラオキシ安息香酸に相当するスポットの移動距離を 1 とするとき，その相対距離 0.3 付近に暗紫色のスポットを認める．
純度試験　果柄　本品は果柄 5.0 % 以上を含まない．
灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下.
酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5 % 以下.
エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0 % 以上.

キジツ

Immature Orange

AURANTII FRUCTUS IMMATURUS

枳実

本品はダイダイ *Citrus aurantium* Linné var. *daidai* Makino，*Citrus aurantium* Linné 又はナツミカン *Citrus natsudaidai* Hayata（*Rutaceae*）の未熟果実をそのまま又はそれを半分に横切したものである．

生薬の性状　本品はほぼ球形で径 1 ～ 2 cm，又は半球形で径 1.5 ～ 4.5 cm である．外面は濃緑褐色～褐色でつやがなく，油室による多数のくぼんだ小点がある．横切面は周辺が厚さ約 0.4 cm の外果皮及び中果皮からなり，表皮に接する部分は黄褐色，その他は淡灰褐色を呈する．中心部は放射状に 8 ～ 16 個の小室に分かれ，各室は褐色を呈してくぼみ，しばしば未熟の種子を含む．

本品は特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液 5 mL にリボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加えて放置するとき，液は赤紫色を呈する．

灰　分〈*5.01*〉　7.0 % 以下．

キョウカツ

Notopterygium

NOTOPTERYGII RHIZOMA

羌活

本品は *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang 又は *Notopterygium forbesii* Boissieu（*Umbelliferae*）の根茎及び根である．

生薬の性状　本品はやや湾曲した円柱形～円錐形を呈し，長さ 3 ～ 10 cm，径 5 ～ 20 mm，ときに根茎は分枝する．外面は黄褐色～暗褐色である．本品の根茎はその頂端にやや円形にくぼんだ茎の跡があり，ときには短い茎の残基を付け，外面には隆起した節があり，節間は，通例，短い．節にはいぼ状突起となった根の跡がある．根の外面には粗い縦じわ及びいぼ状突起となった側根の跡がある．本品の質は軽くややもろくて折りやすい．本品の横切面には多くの放射状の裂け目があり，皮部は黄褐色～褐色，木部は淡黄色～淡灰黄色，髄は灰白色～淡褐色を呈し，ルーペ視するとき，皮部及び髄には油道による褐色の細点を認める．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに酸味があり，後にやや辛く，わずかに麻ひ性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は数層～十数層のコルク層からなり，その内側に数層の厚角組織がある．皮層には多数の油道があり，大きいものでは径が 300 μm に達する．また皮層には放射状に大きなすき間がある．髄にも油道があり，大きいものでは径が 500 μm に達する．柔組織中には単粒及び 2 ～ 3 個の複粒のでんぷん粒を含む．

確認試験　本品の粉末 0.3 g を共栓遠心沈殿管に入れ，ヘキサン 3 mL を加え，10 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.5 付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．このスポットは紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，暗紫色を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス 20.0 % 以上．

キョウニン

Apricot Kernel

ARMENIACAE SEMEN

杏仁

本品はホンアンズ *Prunus armeniaca* Linné 又はアンズ *Prunus armeniaca* Linné var. *ansu* Maximowicz（*Rosaceae*）の種子である．

生薬の性状　本品は偏圧した左右やや不均等な卵形を呈し，長さ 1.1 ～ 1.8 cm，幅 0.8 ～ 1.3 cm，厚さ 0.4 ～ 0.7 cm である．一端は鋭くとがり，他の一端は丸みを帯びてここに合点がある．種皮は褐色で，外面にはすれて落ちやすい石細胞となった表皮細胞があって，粉をふいたようである．また，合点から多数の維管束が種皮全体に分枝しながら縦走し，その部分はややくぼんで縦じわとなっている．温水に入れて軟化するとき，種皮及び白色半透明の薄い胚乳は子葉からたやすくはがれ，子葉は白色である．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦く，油ようである．

本品の表皮の外面を鏡検〈*5.01*〉するとき，維管束による隆起部上の石細胞の形状はほぼ一様で，有角性円形～だ円形を呈し，径 60 ～ 90 μm でその細胞膜は均等に厚く，側面視では鈍三角形で，細胞膜は先端部で著しく厚い．

確認試験　本品をすりつぶし，その 1.0 g をとりメタノール 10 mL を加え直ちに還流冷却器を付け，水浴上で 10 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（7：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た褐色～暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1）　変敗　本品に熱湯を加えてつき砕くとき，敗油性のにおいを発しない．

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は内果皮の破片及びその他の異物を含まない．

キョウニン水
Apricot Kernel Water
杏仁水

本品は定量するとき，シアン化水素（HCN：27.03）0.09 ～ 0.11 w/v% を含む．

製　法　本品は次のいずれかの方法により製する．

（1）「キョウニン」を砕いて圧搾し，脂肪油をよく除いた後，適量の「常水」又は「精製水」を加えて水蒸気蒸留を行い，留液中のシアン化水素の含量を定量法によって測定し，約 0.14 w/v% に達したとき，蒸留をやめ，留液の約 1/3 容量の「エタノール」を加え，更に「精製水」/「エタノール」混液（3：1）を加え，規定の含量に調節して製する．

（2）新たに製したマンデルニトリル 7.5 mL に「精製水」/「エタノール」混液（3：1）1000 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，ろ過する．この液のシアン化水素の含量を定量法によって測定し，その含量が超過するものは前の混液を加えて薄め，規定の含量に調節して製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，ベンズアルデヒドようのにおい及び特異な味がある．

pH：3.5 ～ 5.0

確認試験　本品 2 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液はわずかに混濁し，20 分間放置するとき，混濁する．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.968 ～ 0.978

純度試験

（1）硫酸塩〈*1.14*〉　本品 5.0 mL に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えてわずかにアルカリ性とし，水浴上で蒸発乾固した後，450 ～ 550 ℃ で強熱し，残留物を希塩酸 1.0 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.005 % 以下）．

（2）重金属〈*1.07*〉　本品 50 mL を水浴上で蒸発乾固した後，450 ～ 550 ℃ で強熱し，残留物に希酢酸 5 mL を加え，加温して溶かし，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 20 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（1 ppm 以下）．

（3）遊離シアン化水素　本品 10 mL に 15 ℃ で 0.1 mol/L 硝酸銀液 0.8 mL 及び硝酸 2 ～ 3 滴を加えてろ過し，ろ液に 0.1 mol/L 硝酸銀液を滴加するとき，液は変化しない．

（4）蒸発残留物　本品 5.0 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　本品 25 mL を正確に量り，水 100 mL，ヨウ化カリウム試液 2 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加え，持続する黄色の混濁を生じるまで 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.405 mg HCN

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クコシ
Lycium Fruit
LYCII FRUCTUS
枸杞子

本品はクコ *Lycium chinense* Miller 又は *Lycium barbarum* Linné（*Solanaceae*）の果実である．

生薬の性状　本品は先のとがった紡錘形を呈し，長さ 6 ～ 20 mm，径 3 ～ 8 mm，果皮は赤色～暗赤色を呈し，表面に粗いしわがある．本品の横切面をルーペ視するとき果実は 2 室に分かれ，内部に淡褐色～淡黄褐色で径約 2 mm の偏平な腎臓形の多数の種子がある．

本品は特異なにおいがあり，味は甘く，後わずかに苦い．

確認試験　本品の粉末 1.0 g に酢酸エチル 5 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f 値 0.6 付近に黄色の主スポットを認める．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は果柄及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　8.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　35.0 % 以上．

クジン
Sophora Root
SOPHORAE RADIX
苦参

本品はクララ *Sophora flavescens* Aiton（*Leguminosae*）の根で，しばしば周皮を除いたものである．

生薬の性状　本品は円柱形を呈し，長さ 5 ～ 20 cm，径 2 ～ 3 cm，外面は暗褐色～黄褐色で，著しい縦じわがあり，また横長の皮目を認める．周皮を除いたものは黄白色で，表面は多少繊維性である．横切面は淡黄褐色で，皮部の厚さ 0.1 ～ 0.2 cm，形成層付近はやや暗色を帯び，木部との間にすき間を生ずるものがある．

本品はわずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

確認試験　本品の粉末 0.5 g に希酢酸 10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 3 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 2 滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）茎　本品は茎 10.0 % 以上を含まない．

（2）異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈5.01〉 6.0 % 以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下.

クジン末
Powdered Sophora Root
SOPHORAE RADIX PULVERATA
苦参末

本品は「クジン」を粉末としたものである.
生薬の性状 本品は淡褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である.

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，繊維の破片，有縁孔紋及び網紋道管の破片を認め，その他少数のコルク組織の破片，シュウ酸カルシウムの単晶を認める．でんぷん粒は，通例，2 ～ 4 個の複粒で，径 15 ～ 20 μm，単粒は径 2 ～ 5 μm である.
確認試験 本品 0.5 g に希酢酸 10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 3 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 2 滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる.
灰　分〈5.01〉 6.0 % 以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下.

苦味チンキ
Bitter Tincture
TINCTURA AMARA

製　法

トウヒ，粗末	50　g
センブリ，粗末	5　g
サンショウ，粗末	5　g
70 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる.
性　状 本品は黄褐色の液で，芳香があり，味は苦い.
比重　d_{20}^{20}：約 0.90
確認試験
（1） 本品 1 mL にメタノール 5 mL を加え，リボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加えて放置するとき，液は赤紫色を呈する.
（2） 本品を試料溶液とする．別に「トウヒ」を粉末とし，その 5.0 g に薄めたエタノール（7 → 10）100 mL を加え，密栓して 30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を標準溶液（1）とする．更に「センブリ」及び「サンショウ」をそれぞれ粉末とし，その 0.5 g ずつにつき同様に操作し，標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95)/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうちの 3 個のスポットは，標準溶液（1）から得た数個のスポットのうち R_f 値 0.4 付近に明瞭に現れる青色～紫色を呈する近接した 2 個のスポットの上側のスポット，標準溶液（2）から得た R_f 値 0.35 付近に明瞭に現れる赤色を呈するスポット及び標準溶液（3）から得た R_f 値 0.7 付近に明瞭に現れる灰赤色～赤色を呈するスポットと色調及び R_f 値が等しい.
アルコール数〈1.01〉 6.9 以上（第 2 法）.
貯　法　容　器 気密容器.

ケイガイ
Schizonepeta Spike
SCHIZONEPETAE SPICA
荊芥穂

本品はケイガイ *Schizonepeta tenuifolia* Briquet（*Labiatae*）の花穂である.
生薬の性状 本品は細長い穂状を呈し，長さ 5 ～ 10 cm，径 0.5 ～ 0.8 cm，帯紫緑褐色～緑褐色である．花穂は細かい唇形花又はしばしば果実を含むがく筒を付ける．花穂の下部にはときに葉を付けることがあり，葉は線状又は狭い針形である．花軸は方柱形で紫褐色を呈する．ルーペ視するとき，類白色の短毛を認める.

本品は特異な芳香があり，口に含むとわずかに清涼感がある.
確認試験 本品の粉末 2 g に水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，蒸留し，留液 3 mL をとり，これに 2,4–ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，だいだい赤色の沈殿を生じる.
灰　分〈5.01〉 11.0 % 以下.
酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0 % 以下.
エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　8.0 % 以上.

ケイヒ
Cinnamon Bark
CINNAMOMI CORTEX
桂皮

本品は *Cinnamomum cassia* Blume（*Lauraceae*）の樹皮又は周皮の一部を除いたものである.
生薬の性状 本品は，通例，半管状又は巻き込んだ管状の皮片で，厚さ 0.1 ～ 0.5 cm，長さ 5 ～ 50 cm，径 1.5 ～ 5 cm である．外面は暗赤褐色を呈し，内面は赤褐色を呈し，平滑である．破折しやすく，折面はやや繊維性で赤褐色を呈し淡褐色の薄層がある.

本品は特異な芳香があり，味は甘く，辛く，後にやや粘液性で，わずかに収れん性である.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，一次皮部と二次皮

部はほとんど連続した石細胞環で区分され，環の外辺にはほぼ円形に結集した繊維束を伴い，環の各石細胞の壁はしばしば U 字形に肥厚する．二次皮部中には石細胞を認めず，まばらに少数の厚膜繊維を認める．柔組織中には油細胞，粘液細胞及びでんぷん粒を含む．放射組織中には微細なシュウ酸カルシウムの針晶を含む細胞がある．

確認試験 本品の粉末 2.0 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に紫色のスポットを認める．このスポットは，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，黄だいだい色を呈する．

純度試験 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈*5.01*〉 15.5 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.5 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

ケイヒ末

Powdered Cinnamon Bark

CINNAMOMI CORTEX PULVERATUS

桂皮末

本品は「ケイヒ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は赤褐色～褐色を呈し，特異な芳香があり，味は甘く，辛く，後にやや粘液性で，わずかに収れん性である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，繊維の破片，黄褐色の油滴を含む油細胞の破片，石細胞の破片，コルク石細胞の破片，コルク組織の破片，微細なシュウ酸カルシウムの針晶を認める．でんぷん粒は単粒及び複粒で，径 6 ～ 20 μm である．

確認試験 本品 2.0 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に紫色のスポットを認める．このスポットは，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液を均等に噴霧するとき，黄だいだい色を呈する．

純度試験

（1） 葉柄 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，表皮細胞，毛，葉緑粒を含む細胞及び維管束の破片を認めない．

（2） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈*5.01*〉 15.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.35 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

貯 法 容 器 気密容器．

ケイヒ油

Cinnamon Oil

OLEUM CINNAMOMI

桂皮油

本品は *Cinnamomum cassia* Blume の葉と小枝若しくは樹皮又は *Cinnamomum zeylanicum* Nees（*Lauraceae*）の樹皮を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，総アルデヒド 60 vol% 以上を含む．

性 状 本品は黄色～褐色の液で，特異な芳香があり，味は甘くやくようである．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は弱酸性で，長く保存するか又は空気中に長くさらすと色が濃くなり，粘性を増す．

比重 d_{20}^{20}：1.010 ～ 1.065

確認試験 本品 4 滴に硝酸 4 滴を加えて振り混ぜるとき，5 ℃ 以下で白色～淡黄色の結晶となる．

純度試験

（1） ロジン 本品 1.0 mL をエタノール（95）5 mL に混和し，これに新たに製した酢酸鉛（Ⅱ）三水和物の飽和エタノール（95）溶液 3 mL を加えるとき，沈殿を生じない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

定 量 法 本品 5.0 mL をカシアフラスコにとり，亜硫酸水素ナトリウム試液 70 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴中で加熱して溶かした後，目盛りまで亜硫酸水素ナトリウム試液を加え，2 時間放置し，析出した油分の量（mL）を測定する．

総アルデヒド（vol%）＝｛5.0 −（析出した油分の量）｝× 20

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ケツメイシ

Cassia Seed

CASSIAE SEMEN

決明子

本品はエビスグサ *Cassia obtusifolia* Linné 又は *Cassia tora* Linné（*Leguminosae*）の種子である．

生薬の性状 本品は短円柱形を呈し，長さ 3 ～ 6 mm，径 2

～ 3.5 mm で，一端は鋭くとがり，他の一端は平たんである．外面は緑褐色～褐色でつやがあり，両側面に淡黄褐色の縦線又は帯がある．質は堅い．横切面は円形又は鈍多角形で，ルーペ視するとき，胚乳中に屈曲する暗色の子葉がある．

本品は砕くとき特異なにおい及び味がある．

確認試験 本品の粉末をデシケーター（シリカゲル）で 48 時間乾燥した後，その 0.1 g をスライドガラス上にとり，内径，高さ各 10 mm のガラスリングをのせ，水で潤したろ紙でふたをし，徐々に加熱する．ろ紙の上面が黄色を呈したとき，ろ紙をとり，昇華物の付着する面に水酸化カリウム試液 1 滴を加えるとき，赤色を呈する．

純度試験 異物〈*5.01*〉 本品は異物 1.0 % 以上を含まない．

灰 分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

ケンゴシ

Pharbitis Seed

PHARBITIDIS SEMEN

牽牛子

本品はアサガオ *Pharbitis nil* Choisy（*Convolvulaceae*）の種子である．

生薬の性状 本品は球を縦に 4 ～ 6 等分した形を呈し，長さ 6 ～ 8 mm，幅 3 ～ 5 mm である．外面は黒色～灰赤褐色又は灰白色で，平滑であるが多少縮んであらいしわがある．横切面はほぼ扇形で，淡黄褐色～淡灰褐色を呈し，質は密である．ルーペ視するとき，種皮の外面には短い毛が密生し，隆起線の下端にへそがくぼんでいる．種皮は薄く，外層は暗灰色，内層は淡灰色である．一端の横切面では不規則に縮んだ 2 枚の子葉があり，その間に背面の中央から隆起部に達する 2 枚の薄い隔膜がある．へそを有する他端の横切面では隔膜は認められない．子葉の切面には暗灰色の分泌物孔を認める．100 粒の質量は約 4.5 g である．

本品は砕くときわずかににおいがあり，味は油ようでわずかに刺激性である．

灰 分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

ゲンチアナ

Gentian

GENTIANAE RADIX

本品は *Gentiana lutea* Linné（*Gentianaceae*）の根及び根茎である．

生薬の性状 本品はほぼ円柱形を呈し，長さ 10 ～ 50 cm，径 2 ～ 4 cm で，外面は暗褐色である．根茎は短く，細かい横じわがあり，その上端には芽及び葉の残基を付けることがある．根は深い縦じわがあり，ややねじれている．折面は黄褐色で，繊維性ではなく，形成層付近は暗褐色を帯びる．

本品は特異なにおいがあり，味は初め甘く，後に苦く残留性である．

本品の根の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，4 ～ 6 層の薄膜性のコルク層に内接して数層の厚角組織があり，二次皮部の柔組織は不規則に師部を分布する．木部は主として柔細胞からなり，単独又は数個集まった道管及び仮道管を分布し，また少数の木部内師管が存在する．皮部及び木部の柔細胞中には油滴及び微細なシュウ酸カルシウムの針晶を含み，でんぷん粒は極めてまれに存在し，その大きさは径 10 ～ 20 μm である．

確認試験

（1） 本品の粉末をデシケーター（シリカゲル）で 48 時間乾燥し，その 0.1 g をスライドガラス上にとり，内径，高さ各 10 mm のガラスリングをのせ，更にスライドガラスで覆い，注意して徐々に加熱するとき，上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する．この結晶は水又はエタノール（95）に溶けないが，水酸化カリウム試液に溶ける．

（2） 本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

灰 分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0 % 以下．

ゲンチアナ末

Powdered Gentian

GENTIANAE RADIX PULVERATA

本品は「ゲンチアナ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は初め甘く，後に苦く，残留性である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，油滴及び微細な針晶を含む柔細胞，道管及び仮道管，コルク組織，シュウ酸カルシウムの結晶を認める．道管は主として網紋道管と階紋道管で，径は 20 ～ 80 μm である．でんぷん粒は，通例，認められないが，極めてまれに単粒を認めることがあり，球形で径 10 ～ 20 μm である．

確認試験

（1） 本品をデシケーター（シリカゲル）で 48 時間乾燥し，その 0.1 g をスライドガラス上にとり，内径，高さ各 10 mm のガラスリングをのせ，更にスライドガラスで覆い，注意して徐々に加熱するとき，上のスライドガラスに淡黄色の結晶が昇華する．この結晶は水又はエタノール（95）に溶けないが，水酸化カリウム試液に溶ける．

（2） 本品 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び

標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞及び繊維を認めない．

灰 分〈5.01〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0 % 以下．

貯 法 容 器 気密容器．

ゲンチアナ・重曹散

Gentian and Sodium Bicarbonate Powder

製 法

ゲンチアナ末	300 g
炭酸水素ナトリウム	700 g
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品は淡黄褐色で，味は苦い．

確認試験

（1） 本品 2 g に水 10 mL を加え，かき混ぜた後，ろ過する．ろ液は炭酸水素塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

（2） 本品 1.5 g にメタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

貯 法 容 器 密閉容器．

ゲンノショウコ

Geranium Herb

GERANII HERBA

本品はゲンノショウコ *Geranium thunbergii* Siebold et Zuccarini（*Geraniaceae*）の地上部である．

生薬の性状 本品は茎及びこれに対生した葉からなり，茎は細長く緑褐色，葉は掌状に 3 ～ 5 裂し，長さ 2 ～ 4 cm，灰黄緑色～灰褐色を呈する．裂片は長だ円形～倒卵形で，その上部の辺縁に鈍きょ歯があり，葉柄は長い．茎，葉共に軟毛がある．

本品はわずかににおいがあり，味は渋い．

確認試験 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて煮沸し，ろ過した液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は黒青色を呈する．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は根及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰 分〈5.01〉 10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 15.0 % 以上．

ゲンノショウコ末

Powdered Geranium Herb

GERANII HERBA PULVERATA

本品は「ゲンノショウコ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は灰緑色～淡黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は渋い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，繊維，らせん紋及び孔紋道管，単細胞毛を認め，更に多細胞性の腺毛，気孔を伴う表皮，さく状組織の破片，シュウ酸カルシウムの集晶，でんぷん粒などを認める．繊維は厚膜性で，膜孔がやや明らかである．単細胞毛は表面に小点状の突起がある．さく状組織は表面視円形の柔細胞からなり，細胞中にシュウ酸カルシウムの集晶が 1 個ずつ認められ，集晶の径は約 20 μm である．でんぷん粒は単粒，まれに 2 個の複粒で，卵形～球形，径 5 ～ 30 μm，明らかなへそがある．

確認試験 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて煮沸し，ろ過した液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は黒青色を呈する．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞を認めない．

灰 分〈5.01〉 10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 15.0 % 以上．

コウカ

Safflower

CARTHAMI FLOS

紅花

ベニバナ

本品はベニバナ *Carthamus tinctorius* Linné（*Compositae*）の管状花をそのまま又は黄色色素の大部分を除き，圧搾して板状としたものである．

生薬の性状 本品は赤色～赤褐色の花冠，黄色の花柱及び雄ずいからなり，まれに未熟の子房を混有することがある．全長は約 1 cm，花冠は筒状で 5 裂し，雄ずいは 5 本で，長い雌ずいを囲んでいる．花粉はほぼ球形で，径約 50 μm，黄色で表面に細かい突起がある．本品を板状にしたものは厚さ約 0.5 cm，多数の管状花の集合である．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験 本品 0.2 g に希エタノール 10 mL を加え，還流冷却器を付け，15 分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液 3

mL を内径，内高各約 3 cm のガラス容器に入れ，これに幅 20 mm，長さ 300 mm のろ紙の一端を器底に達するようにつり下げ，液を 1 時間吸い上げさせた後，引き上げ，直ちに水 3 mL を入れた同形のガラス容器中につり下げ，更に 1 時間後引き上げて検するとき，上部の大部分は淡黄色，下部は淡赤色を呈する．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は子房，茎，葉及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈5.01〉　18.0 % 以下．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

コウジン

Red Ginseng

GINSENG RADIX RUBRA

紅参

本品はオタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer（*Panax schinseng* Nees）（*Araliaceae*）の根を蒸したものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ギンセノシド Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$：801.01）0.10 % 以上及びギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29）0.20 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は細長い円柱形～紡錘形で，しばしばなかほどから 2 ～ 5 本の側根を分枝し，長さ 5 ～ 25 cm，主根は径 0.5 ～ 3 cm，外面はおおむね淡黄褐色～赤褐色を呈し，半透明で，縦じわがある．根頭部はややくびれて短い根茎を付けることがある．折面は平らで，質は角質ようで堅い．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する．

（2）　本品の粉末 2.0 g にメタノール 20 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rg_1 標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水混液（13：7：2）の下層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1）　異物〈5.01〉　本品は茎及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品の粉末 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（15 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉　各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈5.01〉　15.5 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　4.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　18.0 % 以上．

定 量 法

（1）　ギンセノシド Rg_1　本品の粉末約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（3 → 5）30 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に薄めたメタノール（3 → 5）15 mL を加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確にとり，希水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて 30 分間放置した後，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にギンセノシド Rg_1 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシド Rg_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rg_1 標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：203 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（4：1）

流量：ギンセノシド Rg_1 の保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ギンセノシド Rg_1 標準品及びギンセノシド Re 1 mg ずつを薄めたメタノール（3 → 5）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rg_1，ギンセノシド Re の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rg_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2）　ギンセノシド Rb_1　（1）の試料溶液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rb_1 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶

液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシド Rb_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rb_1 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：203 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）
流量：ギンセノシド Rb_1 の保持時間が約 20 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：ギンセノシド Rb_1 標準品及びギンセノシド Rc 1 mg ずつを薄めたメタノール（3 → 5）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rb_1，ギンセノシド Rc の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rb_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

コウブシ
Cyperus Rhizome
CYPERI RHIZOMA
香附子

本品はハマスゲ *Cyperus rotundus* Linné（*Cyperaceae*）の根茎である．

生薬の性状 本品は紡錘形を呈し，長さ 1.5 ～ 2.5 cm，径 0.5 ～ 1 cm である．外面は灰褐色～灰黒褐色で，5 ～ 8 個の不整な輪節があり，その部分に毛状になった繊維束がある．質は堅い．横切面は赤褐色～淡黄色で，ろうようのつやを帯び，皮層部の厚さは中心柱の径とほぼ等しいか又はわずかに薄い．これをルーペ視するとき，周辺には繊維束が褐色のはん点として輪状に並び，皮層部にはところどころに維管束が赤褐色のはん点として，また分泌細胞が黄褐色の微小なはん点として多数存在する．中心柱には多数の維管束が点又は線として散在する．

本品は特異なにおい及び味がある．

灰　分〈5.01〉 3.0 % 以下．

精油含量〈5.01〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.3 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

コウブシ末
Powdered Cyperus Rhizome
CYPERI RHIZOMA PULVERATUM
香附子末

本品は「コウブシ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡赤褐色を呈し，特異なにおい及び味がある．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，多角形の柔細胞の破片，階紋道管の破片，剛毛状の繊維の破片，多くはのり化した多量のでんぷん粒を認め，極めてわずかに石細胞を認める．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞以外の著しく木化した細胞及び結晶を認めない．

灰　分〈5.01〉 3.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

精油含量〈5.01〉 本品 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.2 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

貯　法　**容　器**　気密容器．

コウボク
Magnolia Bark
MAGNOLIAE CORTEX
厚朴

本品はホウノキ *Magnolia obovata* Thunberg, *Magnolia officinalis* Rehder et Wilson 又は *Magnolia officinalis* Rehder et Wilson var. *biloba* Rehder et Wilson（*Magnoliaceae*）の樹皮である．

本品はマグノロール 0.8 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は板状又は半管状の皮片で，厚さ 2 ～ 7 mm である．外面は灰白色～灰褐色を呈し，粗雑であるが，ときにコルク層が剥離され赤褐色を呈することもある．内面は淡褐色～暗紫褐色，折面は極めて繊維性で淡赤褐色～紫褐色を呈する．

本品は弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は厚いか又は薄いコルク層が繰り返して出現する．コルク層に内接して，ほぼ等径性の石細胞が環状に認められる．一次皮部は狭く，内しょう部には繊維群が点在する．二次皮部の放射組織間には師部繊維群が階段状に並び，明瞭な格子状を呈する．油細胞が一次皮部及び二次皮部に散在し，狭い放射組織内にも認められることがある．

確認試験 本品の粉末 1.0 g にメタノール 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f 値 0.3 付近に黄色のスポットを認める．

灰　分〈5.01〉 6.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 11.0 % 以上.

成分含量測定法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）40 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 20 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール（7 → 10）40 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用マグノロールをデシケーター（シリカゲル）で 1 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のマグノロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

マグノロールの量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：成分含量測定用マグノロールの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：289 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（50：50：1）

流量：マグノロールの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用マグノロール及びホノキオール 1 mg ずつを薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ホノキオール，マグノロールの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，マグノロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

コウボク末

Powdered Magnolia Bark

MAGNOLIAE CORTEX PULVERATUS

厚朴末

本品は「コウボク」を粉末としたものである．

本品はマグノロール 0.8 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞，大小不同の石細胞又はその群，径 12 ～ 25 μm の繊維，黄赤褐色のコルク組織，黄褐色～赤褐色の内容物を含む油細胞を認める．でんぷん粒は単粒及び 2 ～ 4 個の複粒で，単粒は径約 10 μm である．

確認試験 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f 値 0.3 付近に黄色のスポットを認める．

灰 分〈5.01〉 6.0 % 以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 11.0 % 以上.

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）40 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 20 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール（7 → 10）40 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液する．別に成分含量測定用マグノロールをデシケーター（シリカゲル）で 1 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のマグノロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

マグノロールの量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：成分含量測定用マグノロールの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：289 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（50：50：1）

流量：マグノロールの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用マグノロール及びホノキオール 1 mg ずつを薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ホノキオール，マグノロールの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，マグノロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器.

ゴオウ

Oriental Bezoar

BEZOAR BOVIS

牛黄

本品はウシ *Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin

（*Bovidae*）の胆のう中に生じた結石である．

生薬の性状　本品は球形又は塊状を呈し，径 1 ～ 4 cm，外面は黄褐色～赤褐色で，質は軽くもろく砕きやすく，破砕面には黄褐色～赤褐色の輪層紋があり，また，しばしば輪層中に白色の粒状物又は薄層を混じえる．

本品は弱いにおいがあり，味は初めわずかに苦く，後にやや甘い．

確認試験

（1）　本品の粉末 0.1 g に石油エーテル 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，ろ過し，残留物を石油エーテル 10 mL で洗う．残留物 0.01 g をとり，無水酢酸 3 mL を加えて 1 ～ 2 分間振り混ぜた後，無水酢酸 0.5 mL に硫酸 2 滴を加えた混液を加えて振り混ぜるとき，液は黄赤色～濃赤色を呈し，後に暗赤紫色を経て暗赤褐色に変わる．

（2）　本品 0.01 g に塩酸 1 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜ，クロロホルム層が黄褐色になったとき，これを分取し，水酸化バリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜるとき，黄褐色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　合成色素　本品の粉末 2 mg に希塩酸 1 mL を加えるとき，液は紫色を呈しない．

（2）　でんぷん　本品の粉末 5 mg に水 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，これにヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は青紫色を呈しない．

（3）　ショ糖　本品の粉末 0.02 g を水 10 mL に加え，15 分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液 1 mL にアントロン試液 2 mL を加え，振り混ぜるとき，液は濃い青緑色～暗緑色を呈しない．

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下．

成分含量　本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，石油エーテル 50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 2 時間加温した後，ろ過する．残留物はろ紙と共に前のフラスコに入れ，塩酸 2 mL 及びクロロホルム 40 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加温した後，質量既知のフラスコにろ過する．ろ紙は少量のクロロホルムを用いて洗い，洗液及びろ液を合わせ，クロロホルムを留去する．残留物をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥した後，その質量を量るとき，その量は 12.0 % 以上である．

ゴシツ

Achyranthes Root

ACHYRANTHIS RADIX

牛膝

本品はヒナタイノコズチ *Achyranthes fauriei* Leveillé et Vaniot 又は *Achyranthes bidentata* Blume（*Amaranthaceae*）の根である．

生薬の性状　本品は主根又は側根を伴う主根からなり，根頭はわずかに根茎を付けるか，又は根茎部は切除されている．主根は細長い円柱形でときにやや湾曲し，長さ 15 ～ 90 cm，径 0.3 ～ 0.7 cm，外面は灰黄色～黄褐色で，多数の縦じわ及びまばらに側根の跡がある．折面は平らで，周辺部は灰白色～淡褐色を呈し，中心部に黄白色の木部を認める．質は堅くてもろいか，又はやや柔軟である．

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに甘く，粘液性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮部はやや明らかな形成層によって木部と区別できる．木部の中心には小さい原生木部があり，これを囲んで多数の維管束が同心円状に配列する．柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶を含み，でんぷん粒は認めない．

確認試験　本品の粉末 0.5 g を水 10 mL に加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

純度試験

（1）　茎　本品は茎 5.0 % 以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉　17.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.5 % 以下．

ゴシュユ

Evodia Fruit

EVODIAE FRUCTUS

呉茱萸

本品はゴシュユ *Evodia rutaecarpa* Bentham，*Evodia officinalis* Dode 又は *Evodia bodinieri* Dode（*Rutaceae*）の果実である．

生薬の性状　本品は偏球形又は球形を呈し，径 2 ～ 5 mm である．外面は暗褐色～灰褐色で，油室による多数のくぼんだ小点がある．しばしば果柄を付け，果柄は長さ 2 ～ 5 mm で，毛を密生する．果皮は成熟したものでは 5 室に開裂し，各室中には倒卵球形又は球形の褐色～黒褐色又は帯青黒色のつやのある種子がある．

本品は特異なにおいがあり，味は辛く，後に残留性の苦味がある．

確認試験　本品の粉末 1.0 g をメタノール 20 mL に加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に希酢酸 3 mL を加え，水浴上で 2 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（1）　試料溶液 1 滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧して放置するとき，黄赤色を呈する．

（2）　試料溶液 0.2 mL に希酢酸 0.8 mL を加えた液に 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 2 mL を穏やかに加え，水浴中で加温するとき，境界面に紫褐色の輪帯を生じる．

純度試験

（1）　果柄　本品は果柄 5.0 % 以上を含まない．

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は果柄以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈5.01〉 8.0 % 以下.

ゴボウシ
Burdock Fruit
ARCTII FRUCTUS
牛蒡子

本品はゴボウ *Arctium lappa* Linné（*Compositae*）の果実である.

生薬の性状 本品はやや湾曲した倒長卵形のそう果で，長さ 5 ～ 7 mm，幅 2.0 ～ 3.2 mm，厚さ 0.8 ～ 1.5 mm，外面は灰褐色～褐色で，黒色の点がある．幅広い一端は径約 1 mm のくぼみがあり，他端は細まり平たんで不明瞭な縦の稜線がある．本品 100 粒の質量は 1.0 ～ 1.5 g である.

本品はほとんどにおいがなく，味は苦く油ようである.

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外果皮は 1 層の表皮からなり，中果皮はやや厚壁化した柔組織からなり，内果皮は 1 層の石細胞層からなる．種皮は放射方向に長く厚壁化した表皮と数層の柔組織からなる．種皮の内側には内乳，子葉が見られる．中果皮柔細胞中には褐色物質を，内果皮石細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を，子葉にはでんぷん粒，油滴，アリューロン粒及びシュウ酸カルシウムの微小な集晶を含む.

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 20 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/酢酸エチル/水混液（15：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，R_f 値 0.4 付近に赤紫色のスポットを認める.

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）.

灰　分〈5.01〉 7.0 % 以下.

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下.

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 15.0 % 以上.

ゴミシ
Schisandra Fruit
SCHISANDRAE FRUCTUS
五味子

本品はチョウセンゴミシ *Schisandra chinensis* Baillon（*Schisandraceae*）の果実である.

生薬の性状 本品は不規則な球形～偏球形を呈し，径約 6 mm である．外面は暗赤色～黒褐色でしわがあり，また，ときに白い粉を付ける．種子はじん臓形を呈し，外面は黄褐色～暗赤褐色で，つやがあり，背面に明らかな背線を認める．外種皮はたやすくはがれるが，内種皮は胚乳に密着する.

本品は弱いにおい及び酸味があり，後に渋くて苦い.

確認試験 本品の粉末 1.0 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 3 分間振り混ぜながら加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用シザンドリン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸（100）混液（10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい.

純度試験 異物〈5.01〉 本品は果たく，果柄及びその他の異物 1.0 % 以上を含まない.

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下.

コメデンプン
Rice Starch
AMYLUM ORYZAE
米澱粉

本品はイネ *Oryza sativa* Linné（*Gramineae*）の種子から得たでんぷんである.

生薬の性状 本品は白色の塊又は粉末で，におい及び味はない.

本品を鏡検〈5.01〉するとき，多角形で長径 3 ～ 10 μm，多くは 4 ～ 6 μm の分粒からなり，しばしば径 50 ～ 100 μm に及ぶだ円形の複粒を認める．へそ及び層紋は認められない.

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品 1 g に水 50 mL を加えて煮沸し，放冷するとき，混濁した中性ののり状の液となる.

（2） 本品はヨウ素試液を加えるとき，暗青紫色を呈する.

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，他のでんぷん粒を認めない．また，原植物の組織の破片を含むことがあっても，極めてわずかである.

乾燥減量〈5.01〉 15.0 % 以下（6 時間）.

灰　分〈5.01〉 1.0 % 以下.

コロンボ
Calumba
CALUMBAE RADIX

本品は *Jateorhiza columba* Miers（*Menispermaceae*）の根を横切したものである.

生薬の性状 本品は円盤状の切片で，厚さ 0.5 ～ 2 cm，径 3 ～ 8 cm，多くは両面の中央部がくぼみ，多少反曲し，側面は灰褐色で，不規則なしわがある，切面は淡黄色で放射状に濃淡のしまがあり，粉性である．皮部はやや黄味を帯び，形成層の付近は淡灰褐色を呈し，中央部にはいぼ状の突起がある．質は堅いがもろい.

本品は特異なにおいがあり，味は苦い.

確認試験 本品の粉末 3 g に水 30 mL を加え，時々振り混

ぜながら 5 分間放置した後，ろ過し，ろ液 2 mL に硫酸 1 mL を徐々に加え，冷後，塩素試液を穏やかに加えるとき，境界面は淡赤色～赤色を呈する．

灰　分〈5.01〉 7.5 % 以下．

コロンボ末

Powdered Calumba

CALUMBAE RADIX PULVERATA

本品は「コロンボ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰黄色を呈し，特異なにおいがあり，味は苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，多数のでんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，コルク組織の破片，石細胞の破片，繊維の破片，代用繊維の破片，道管の破片，仮道管の破片，シュウ酸カルシウムの単晶を認める．でんぷん粒は単粒又は 2 ～ 3 個の複粒で，へそは偏在し，通例，径 25 ～ 50 μm，大きくても 90 μm 以下である．

確認試験　本品 3 g に水 30 mL を加え，時々振り混ぜながら 5 分間放置した後，ろ過し，ろ液 2 mL に硫酸 1 mL を徐々に加え，冷後，塩素試液を穏やかに加えるとき，境界面は淡赤色～赤色を呈する．

灰　分〈5.01〉 7.5 % 以下．

コンズランゴ

Condurango

CONDURANGO CORTEX

本品は *Marsdenia cundurango* Reichenbach fil.（*Asclepiadaceae*）の樹皮である．

生薬の性状　本品は管状又は半管状の皮片で，厚さ 0.1 ～ 0.6 cm，長さ 4 ～ 15 cm である．外面は灰褐色～暗褐色，ほとんど平滑で多数の皮目を帯びるか，又は多少りん片状できめがあらい．内面は淡灰褐色を呈し，縦線がある．折面の外側は繊維性であり，内側はおおむね粒状である．

本品はわずかに弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は数層の薄膜の細胞からなる．一次皮部には多数の石細胞群があり，二次皮部には 1 層のでんぷんしょうに内接して，ところどころに師部繊維束があり，両皮部には連合乳管が散在する．柔細胞はでんぷん粒又はシュウ酸カルシウムの集晶を含む．でんぷん粒の径は 3 ～ 20 μm である．

確認試験　本品の粉末 1 g を水 5 mL で冷浸してろ過した澄明な液を加熱するとき，液は混濁し，これを冷却するとき，再び澄明となる．

純度試験　異物〈5.01〉 本品は木部及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈5.01〉 12.0 % 以下．

コンズランゴ流エキス

Condurango Fluidextract

製　法　本品は「コンズランゴ」の中末をとり，「精製水」/「エタノール」/「グリセリン」混液（5：3：2）を第 1 浸出剤，「精製水」/「エタノール」混液（3：1）を第 2 浸出剤として，流エキス剤の製法により製する．

性　状　本品は褐色の液で，特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品 1 mL に水 5 mL を混和し，必要ならばろ過し，澄明な液を加熱するとき，液は混濁し，これを冷却するとき，再びほとんど澄明となる．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

サイコ

Bupleurum Root

BUPLEURI RADIX

柴胡

本品はミシマサイコ *Bupleurum falcatum* Linné（*Umbelliferae*）の根である．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，総サポニン（サイコサポニン a 及びサイコサポニン d）0.35 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は細長い円すい形～円柱形を呈し，単一又は分枝し，長さ 10 ～ 20 cm，径 0.5 ～ 1.5 cm，根頭には茎の基部を付けていることがある．外面は淡褐色～褐色で，深いしわがあるものもある．折りやすく，折面はやや繊維性である．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，皮部の厚さは半径の 1/3 ～ 1/2 で，皮部にはしばしば接線方向に長い裂け目があり，径 15 ～ 35 μm の胞間性離生油道がやや多数散在する．木部には道管が放射状若しくはほぼ階段状に配列し，ところどころに繊維群がある．根頭部の髄には皮部と同様の油道がある．柔細胞中にはでんぷん粒及び油滴を認める．でんぷん粒は単粒又は複粒で，単粒の径は 2 ～ 10 μm である．

確認試験

（1）　本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2）　本品の粉末 2.0 g にメタノール 10 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニンa 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水混液（30：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸/エタノール（95）混液（1：1）を均等に噴霧し，50 ℃ で 5 分間加温するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 茎及び葉　本品は茎及び葉 10.0 % 以上を含まない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4） 異物〈*5.01*〉 本品は茎及び葉以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉 12.5 % 以下（6 時間）．

成分含量測定法　本品の粉末約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（9 → 10）20 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，薄めたメタノール（9 → 10）15 mL を加えて更に 2 回，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール（9 → 10）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確にとり，希水酸化ナトリウム試液 2.5 mL を加えて 50 ℃ の水浴中で 1 時間加温し，サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液 7.5 mL を加える．この液をカラム（55 ～ 105 μm の前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル 0.36 g を内径約 10 mm のクロマトグラフィー管に注入し，使用直前にメタノール 10 mL を流し，次に水 10 mL を流して調整したもの）に入れて流出させる．薄めたメタノール（7 → 20）10 mL でカラムを洗い，次にメタノールで流出し，流出液を正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用サイコサポニン a 及び成分含量測定用サイコサポニン d をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，それぞれ約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のサイコサポニン a のピーク面積 A_{TA} 及び A_{SA} 並びにサイコサポニン d のピーク面積 A_{TD} 及び A_{SD} を測定する．次式によりサイコサポニン a 及びサイコサポニン d の量を求め，それらの合計を総サポニンの量とする．

サイコサポニン a の量（mg）
$= W_{SA} \times (A_{TA} / A_{SA}) \times (1 / 2)$

W_{SA}：成分含量測定用サイコサポニン a の秤取量（mg）

サイコサポニン d の量（mg）
$= W_{SD} \times (A_{TD} / A_{SD}) \times (1 / 2)$

W_{SD}：成分含量測定用サイコサポニン d の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：206 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：サイコサポニン a の保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニン a，サイコサポニン d の順に溶出し，それらのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，1.4 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，サイコサポニン a 及びサイコサポニン d のピーク面積の相対標準偏差は，いずれも 1.5 % 以下である．

灰　分〈*5.01*〉 6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　11.0 % 以上．

サイシン

Asiasarum Root

ASIASARI RADIX

細辛

本品はウスバサイシン *Asiasarum sieboldii* F. Maekawa 又はケイリンサイシン *Asiasarum heterotropoides* F. Maekawa var. *mandshuricum* F. Maekawa（*Aristolochiaceae*）の根及び根茎である．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形の根茎に多くの細長い根を付けたものである．外面は淡褐色～暗褐色を呈する．根は長さ約 15 cm，径 0.1 cm，浅い縦じわがあり，折れやすい．根茎は長さ 2 ～ 4 cm，径 0.2 ～ 0.3 cm，しばしば分枝し，縦じわがある．節間は短く，各節には葉柄や花柄のわずかに残基及び細長い根を数本ずつ付ける．

本品は特異なにおいがあり，味は辛く舌をやや麻ひする．

純度試験

（1） 地上部　本品は地上部を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は地上部以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

（3） アリストロキア酸Ⅰ　本品の粉末 2.0 g を正確に量り，薄めたメタノール（3 → 4）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に生薬純度試験用アリストロキア酸Ⅰ 1.0 mg を正確に量り，薄めたメタノール（3 → 4）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（3 → 4）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液には標準溶液のアリストロキア酸Ⅰに対応する保持時間にピークを認めない．アリストロキア酸Ⅰに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変更して分析し，このピークがアリストロキア酸Ⅰでないことを確認する．

試験条件

検出器：紫外又は可視吸光光度計（測定波長：400 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g 及び

リン酸 2 mL に水を加えて溶かし，1000 mL とした液/アセトニトリル混液（11：9）

流量：アリストロキア酸Ⅰの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（3 → 4）を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL を正確にとり，上記の条件で操作するとき，アリストロキア酸Ⅰのシグナル S とノイズ N との比（S/N 比）は 3 以上である．なお，シグナル S は検出器出力の平均値を線で結びノイズを含まないクロマトグラムを得て，ベースラインからピークの頂点までのピーク高さ，ノイズ N はピークの前後におけるベースラインの，ピーク半値幅の 20 倍の間における出力信号の最大値と最小値の差の振れ幅の 1/2 とする．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アリストロキア酸Ⅰのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

（4） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以下．

灰　分〈*5.01*〉 10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 30.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.6 mL 以上である．

柴苓湯エキス
Saireito Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，サイコサポニン b_2 2 ～ 8 mg，バイカリン（$C_{21}H_{18}O_{11}$：446.36）80 ～ 240 mg 及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）17 ～ 51 mg を含む．

製　法 「サイコ」7 g，「ハンゲ」5 g，「ショウキョウ」1 g，「オウゴン」3 g，「タイソウ」3 g，「ニンジン」3 g，「カンゾウ」2 g，「タクシャ」6 g，「チョレイ」4.5 g，「ブクリョウ」4.5 g，「ビャクジュツ」4.5 g 及び「ケイヒ」3 g，又は「サイコ」7 g，「ハンゲ」5 g，「ショウキョウ」1 g，「オウゴン」3 g，「タイソウ」3 g，「ニンジン」3 g，「カンゾウ」2 g，「タクシャ」5 g，「チョレイ」3 g，「ブクリョウ」3 g，「ソウジュツ」3 g 及び「ケイヒ」2 g の生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性　状 本品は淡黄褐色の粉末で，わずかににおいがあり，味は甘く，後にわずかに苦い．

確認試験

（1） 本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（サイコ）．

（2） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 15 μL 及び標準溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ショウキョウ）．

（3） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オウゴニン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸（100）混液（10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（オウゴン）．

（4） 本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rb_1 標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/1-プロパノール/水/酢酸（100）混液（7：5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ニンジン）．

（5） 本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー

〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）．

（6） 本品 2.0 g をとり，炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アリソール A 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 40 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸（100）混液（10：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（タクシャ）．

（7）（ビャクジュツ配合処方） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（ビャクジュツ）．

（8）（ソウジュツ配合処方） 本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とし，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する（ソウジュツ）．

（9） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 (*E*)-ケイ皮酸 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 40 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル/ギ酸/水混液（60：40：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ケイヒ）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，エキス剤（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 9.0 % 以下．

定 量 法

（1） サイコサポニン b_2　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に成分含量測定用サイコサポニン b_2 をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のサイコサポニン b_2 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{サイコサポニン } b_2 \text{ の量(mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_S：成分含量測定用サイコサポニン b_2 の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（5：3）

流量：毎分 1.0 mL（サイコサポニン b_2 の保持時間約 12 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニン b_2 のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，サイコサポニン b_2 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） バイカリン　本品約 0.1 g を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にバイカリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かして正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

バイカリン（$C_{21}H_{18}O_{11}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：277 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸（1 → 200）/アセトニトリル混液（19：6）
流量：毎分 1.0 mL（バイカリンの保持時間約 10 分）
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，バイカリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（3） グリチルリチン酸　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（13：7）
流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

サフラン

Saffron

CROCUS

本品はサフラン *Crocus sativus* Linné（*Iridaceae*）の柱頭である．

生薬の性状　本品は細いひも状で，暗黄赤色～赤褐色を呈し，長さ 1.5 ～ 3.5 cm，3 分枝するか又は分離し，分枝する一端は広がり他方は次第に細まる．

本品は強い特異なにおいがあり，味は苦く，だ液を黄色に染める．

本品を水に浸して軟化し，鏡検〈5.01〉するとき，柱頭の先端には長さ約 150 μm の多くの突起があり，少数の花粉粒を伴う．

確認試験　本品に硫酸 1 滴を加えるとき，暗青色を呈し，紫色を経て徐々に赤褐色に変わる．

純度試験

（1） アニリン色素　本品 0.05 g にクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は無色であるか又は黄色を呈することがあっても極めてわずかである．

（2） グリセリン，砂糖又ははちみつ　本品は甘味がない．また，本品を紙間に圧してもはん点を残さない．

（3） 花柱の黄色部　本品は花柱の黄色部 10.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　7.5 % 以下．

成分含量測定法　クロシン　本品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥した後，粉末とし，その 0.100 g を正確に量り，温湯 150 mL を加え，しばしば振り混ぜながら 60 ～ 70℃ で 30 分間加温し，冷後ろ過する．ろ液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム 98 mg を正確に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 438 nm における試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きい．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

サンキライ

Smilax Rhizome

SMILACIS RHIZOMA

山帰来

本品は *Smilax glabra* Roxburgh（*Liliaceae*）の塊茎である．

生薬の性状　本品は偏圧された不整円柱形を呈し，しばしば結節状に分枝し，通例，長さ 5 ～ 15 cm，径 2 ～ 5 cm である．外面は帯灰黄褐色～黄褐色で，上面のところどころにこぶ状の茎の残基がある．横切面は不整だ円形～鈍三角形を呈し，類白色～帯赤白色で，皮層は極めて薄く，ほとんど中心柱からなる．

本品はわずかににおいがあり，味はほとんどない．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は 2 ～ 3 細胞層で，皮層は極めて狭く，通例，2 ～ 4 細胞層の膜の厚い柔細胞からなり，ところどころに大きい粘液細胞を認める．粘液細胞中にはシュウ酸カルシウムの束晶を含む．中心柱は主として柔組織からなり，維管束が散在する．柔細胞はでんぷん粒を含む．でんぷん粒は多くは単粒で，ときに 2 ～ 4 個からなる複粒を混じえ，単粒の径は 12 ～ 36 μm である．

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下．

サンキライ末

Powdered Smilax Rhizome

SMILACIS RHIZOMA PULVERATUM

山帰来末

本品は「サンキライ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味はほとんどない．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，粘液塊中に含まれるシュウ酸カルシウムの束晶の破片，木化した皮層の柔細胞の破片，コルク組織の破片，階紋道管の破片を認める．でんぷん粒は主として単粒及び少数の 2 ～ 4 個の複粒で，それらの径は 12 ～ 36 μm である．

純度試験　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多量の石細胞及び厚膜繊維を認めない．

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下．

サンシシ

Gardenia Fruit

GARDENIAE FRUCTUS

山梔子

本品はクチナシ *Gardenia jasminoides* Ellis（*Rubiaceae*）の果実である．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，ゲニポシド 3.0 % 以上を含む．

生薬の性状　本品はほぼ長卵形～卵形を呈し，長さ 1 ～ 5 cm，幅 1 ～ 1.5 cm である．外面は黄褐色～黄赤色で，通例 6 本，まれに 5 本又は 7 本の明らかな綾線がある．一端にはがく又はその跡があり，他端には果柄を付けているものもある．果皮の内面は黄褐色を呈し，平らでつやがある．内部は 2 室で，黄赤色～暗赤色の胎座に種子の団塊が付く．種子はほぼ円形で偏平，長径約 0.5 cm で，黒褐色又は黄赤色である．

本品は弱いにおいがあり，味は苦い．

確認試験

（1）　本品の粉末をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その 1.0 g に温湯 100 mL を加え，しばしば振り混ぜながら 60 ～ 70 ℃ で 30 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 1.0 mL に水を加えて 10 mL とする．この液の色は黄色で，次の比較液よりうすくない．

比較液：成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム 9.8 mg を水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．

（2）　本品の粉末 1.0 g にメタノール 20 mL を加え，水浴上で 3 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4–メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0 % 以下．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

成分含量測定法　本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（1 → 2）40 mL を加え，15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，薄めたメタノール（1 → 2）40 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用ゲニポシドをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{ゲニポシドの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S) \times 2$$

W_S：成分含量測定用ゲニポシドの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（22：3）
流量：ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：成分含量測定用ゲニポシド及びカフェイン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 15 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，ゲニポシドの順に溶出し，その分離度は 3.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

サンシシ末
Powdered Gardenia Fruit
GARDENIAE FRUCTUS PULVERATUS
山梔子末

本品は「サンシシ」を粉末としたものである．
本品は換算した生薬の乾燥物に対し，ゲニポシド 3.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は苦い．
本品を鏡検〈5.01〉するとき，黄褐色で表面視が多角形の表皮の破片，単細胞毛，らせん紋及び環紋道管，しばしばシュウ酸カルシウムの結晶を含む石細胞，黄色の色素，油滴及びシュウ酸カルシウムの集晶を含む薄膜柔組織の破片（花床及び果皮の要素），赤褐色の内容物を含む大形で厚膜化した種皮表皮の破片，アリューロン粒を充満する内乳の破片（種子の要素）を認める．

確認試験
（1） 本品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その 1.0 g に温湯 100 mL を加え，しばしば振り混ぜながら 60 ～ 70 ℃ で 30 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 1.0 mL に水を加えて 10 mL とする．この液の色は黄色で，次の比較液よりうすくない．
比較液：成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム 9.8 mg を水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．
（2） 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加え，水浴上で 3 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈5.01〉 13.0 % 以下．

灰　分〈5.01〉 6.0 % 以下．

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（1 → 2）40 mL を加え，15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，薄めたメタノール（1 → 2）40 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用ゲニポシドをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のゲニポシドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{ゲニポシドの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S) \times 2$$

W_S：成分含量測定用ゲニポシドの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）
カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（22：3）
流量：ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：成分含量測定用ゲニポシド及びカフェイン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 15 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，ゲニポシドの順に溶出し，その分離度は 3.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ゲニポシドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

サンシュユ
Cornus Fruit
CORNI FRUCTUS
山茱萸

本品はサンシュユ *Cornus officinalis* Siebold et Zuccarini（*Cornaceae*）の偽果の果肉である．

生薬の性状 本品は偏圧された長だ円形を呈し，長さ 1.5 ～ 2 cm，幅約 1 cm である．外面は暗赤紫色～暗紫色でつやがあり，あらいしわがあり，真正果実を抜き取った裂け目がある．一端にがくの跡及び他端に果柄の跡がある．質は柔軟

である．

本品は弱いにおいがあり，酸味があって，わずかに甘い．

確認試験 本品の粗切 1 g にメタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ロガニン 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/ギ酸混液（6：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4–メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 異物〈*5.01*〉 本品は果柄及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

（2） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以下．

灰　分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　35.0 % 以上．

サンショウ

Zanthoxylum Fruit

ZANTHOXYLI FRUCTUS

山椒

本品はサンショウ ***Zanthoxylum piperitum*** De Candolle（***Rutaceae***）の成熟した果皮で，果皮から分離した種子をできるだけ除いたものである．

生薬の性状 本品は 2 ～ 3 分果よりなるさく果で，各分果は偏球形を呈し 2 片に開裂し，各片の径は約 5 mm である．果皮の外面は暗黄赤色～暗赤褐色で，油室による多数のくぼんだ小点がある．内面は淡黄白色である．

本品は特異な芳香があり，味は辛く舌を麻ひする．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，外面表皮とこれに接する 1 細胞層中には赤褐色のタンニン質を含み，果皮には径約 500 μm に達する油室があり，ところどころにらせん紋道管を主とする維管束が点在し，内層は石細胞層からなり，内面表皮細胞は極めて小さい．

確認試験 本品を粉末とし，その 0.5 g に薄めたエタノール（7 → 10）100 mL を加え，密栓して 30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，R_f 値 0.7 付近に灰赤色～赤色を呈する 1 個のスポットを認める．

純度試験

（1） 種子　本品は種子 20.0 % 以上を含まない．

（2） 果柄及び枝　本品は果柄及び枝 5.0 % 以上を含まない．

（3） 異物〈*5.01*〉 本品は種子，果柄及び枝以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 30.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 1.0 mL 以上である．

サンショウ末

Powdered Zanthoxylum Fruit

ZANTHOXYLI FRUCTUS PULVERATUS

山椒末

本品は「サンショウ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は暗黄褐色を呈し，強い特異な芳香があり，味は辛く舌を麻ひする．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，厚さ約 2.5 μm の膜を持つ石細胞からなる果皮内層の組織の破片，径 10 ～ 15 μm のらせん紋及び環紋道管の破片，精油又は樹脂を含む油室の破片，表面視が多角形でタンニン質を含む表皮細胞の破片，多数の油滴，バニリン・塩酸試液で赤色を呈するタンニン質の塊を認める．

確認試験 本品 0.5 g に薄めたエタノール（7 → 10）100 mL を加え，密栓して 30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，R_f 値 0.7 付近に灰赤色～赤色を呈する 1 個のスポットを認める．

灰　分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品 30.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.8 mL 以上である．

貯　法　容　　器　気密容器．

サンソウニン

Jujube Seed

ZIZYPHI SEMEN

酸棗仁

本品はサネブトナツメ ***Zizyphus jujuba*** Miller var. ***spinosa***（Bunge）Hu ex H. F. Chou（***Rhamnaceae***）の種子である．

生薬の性状 本品は扁平な卵形～円形でレンズ状を呈し，長さ 5 ～ 9 mm，幅 4 ～ 6 mm，厚さ 2 ～ 3 mm，外面は褐色～暗赤褐色を呈し，つやがある．一端にはへそ，他端には合点がある．種皮はやや柔軟で，乳白色の内乳及び淡黄色の胚を包む．本品 100 粒の質量は 3.0 ～ 4.5 g である．

本品はわずかな油臭があり，緩和でやや油ようである．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，種皮は外側の表皮，柔組織，内側の表皮からなる．外側の表皮は放射方向に長く厚壁化した細胞からなり，内側の表皮にはクチクラが認められる．内乳は柔組織からなり，シュウ酸カルシウムの集晶，アリューロン粒，でんぷん粒を含む．子葉は柔組織からなり，アリューロン粒，でんぷん粒，油滴を含む．

確認試験　本品の粉末 2 g にメタノール 10 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（10：10：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.3 付近に紫色のスポットを認める．このスポットは，1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，黄緑色～灰緑色を呈する．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は内果皮及びその他の異物 1.0 % 以上含まない．

乾燥減量〈5.01〉　11.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　5.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　9.0 % 以上．

サンヤク

Dioscorea Rhizome

DIOSCOREAE RHIZOMA

山薬

本品はヤマノイモ *Dioscorea japonica* Thunberg 又はナガイモ *Dioscorea batatas* Decaisne（*Dioscoreaceae*）の周皮を除いた根茎（担根体）である．

生薬の性状　本品は円柱形～不整円柱形を呈し，長さ 5 ～ 15 cm，径 1 ～ 4 cm，ときには縦割又は横切したものである．外面は類白色～帯黄白色で，折面は類白色を呈し，平らで粉性である．質は堅いが，折りやすい．

本品はほとんどにおい及び味がない．

確認試験

（1）　本品の切面に希ヨウ素試液を滴加するとき，暗青色を呈する．

（2）　本品の粉末 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色～紫褐色を呈する．

乾燥減量〈5.01〉　14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5 % 以下．

サンヤク末

Powdered Dioscorea Rhizome

DIOSCOREAE RHIZOMA PULVERATUM

山薬末

本品は「サンヤク」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は帯黄白色～白色を呈し，ほとんどにおい及び味がない．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主としてでんぷん粒とこれを含む柔組織片，シュウ酸カルシウムの長さ 100 ～ 200 μm の束針晶とこれを含む粘液細胞，環紋道管及び階紋道管を認める．道管の径は 15 ～ 35 μm である．でんぷん粒は長だ円形～球形の単粒で，長径 18 ～ 35 μm，へそ及び層紋を認めるがやや不鮮明である．

確認試験　本品 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色～紫褐色を呈する．

乾燥減量〈5.01〉　14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5 % 以下．

貯　法　容　器　気密容器．

ジオウ

Rehmannia Root

REHMANNIAE RADIX

地黄

本品はアカヤジオウ *Rehmannia glutinosa* Liboschitz var. *purpurea* Makino 又 は *Rehmannia glutinosa* Liboschitz（*Scrophulariaceae*）の根又はそれを蒸したものである．

生薬の性状　本品は，通例，細長い紡錘形を呈し，長さ 5 ～ 10 cm，径 0.5 ～ 1.5 cm，しばしば折れ，又は著しく変形している．外面は黄褐色又は黒褐色を呈し，深い縦みぞ及びくびれがある．質は柔らかく粘性である．横切面は黄褐色又は黒褐色で，皮部は木部より色が濃く，髄をほとんど認めない．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，コルク層は 7 ～ 15 層で，皮部はすべて柔細胞からなり，外皮部に褐色の分泌物を含む細胞が散在する．木部はほとんど柔組織からなり，道管は放射状に配列し，主として網紋道管である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈5.01〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.5 % 以下．

シゴカ

Eleutherococcus Senticosus Rhizome

ELEUTHEROCOCCI SENTICOSI RHIZOMA

刺五加

本品はエゾウコギ *Eleutherococcus senticosus*（Ruprecht et Maximowicz）Maximowicz（*Acanthopanax senticosus*（Ruprecht et Maximowicz）Harms）（*Araliaceae*）の根茎で，しばしば根を伴う．

生薬の性状 本品はやや曲った円柱形で，長さ 15 ～ 30 cm，径 1 ～ 2.5 cm，外面は灰褐色で，やや粗雑である．横切面は淡褐色を呈し，その大部分は木部で，皮層は薄く，中央部に髄がある．質は極めて堅い．

本品はわずかに特異なにおいがあり，味はほんどないかわずかに甘く，収れん性がある．

本品の根茎の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，最外層は 3 ～ 7 細胞層のコルク層で，それに続く皮層の柔組織には油道がある．師部には繊維束が階段状に配列する．師部と木部は形成層で明瞭に区分される．木部は道管，木部繊維，木部柔組織からなり，放射組織は 2 ～ 6 細胞列である．髄は柔組織からなる．シュウ酸カルシウムの集晶が皮層の柔組織と放射組織に含まれる．でんぷん粒は放射組織，皮層及び木部の柔組織に認められることがある．

確認試験 本品の粉末 0.5 g に薄めたメタノール（1 → 2）20 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用エレウテロシド B 1 mg を薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，20 mL とする．この液 2 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液から得たエレウテロシド B に相当するピークの保持時間は等しい．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（9：1）

流量：エレウテロシド B の保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エレウテロシド B のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　2.5 % 以上．

ジコッピ

Lycium Bark

LYCII CORTEX

地骨皮

本品はクコ *Lycium chinense* Miller 又は *Lycium barbarum* Linné（*Solanaceae*）の根皮である．

生薬の性状 本品は厚さ 1 ～ 6 mm の管状又は半管状の皮片である．外側は淡褐色～淡黄褐色で，周皮はりん片状にはがれやすい．内側は灰褐色を呈し，縦に条線がある．質はもろく，折面は灰白色を呈し，繊維性でない．

本品は特異な弱いにおいがあり，味は初めわずかに甘い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮のコルク層は数層の薄膜のコルク細胞からなる．皮部にはシュウ酸カルシウムの砂晶を含む柔細胞が散在し，少数の繊維を認めることがある．柔細胞に含まれるでんぷん粒は径 1 ～ 10 μm である．石細胞は認めることがあっても，極めてまれである．

確認試験 本品の粉末 1.0 g にメタノール 10 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（3：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 3 分間加熱した後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，R_f 値 0.5 付近に濃褐色の主スポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉 11.5 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 20.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　10.0 % 以上．

シコン

Lithospermum Root

LITHOSPERMI RADIX

紫根

本品はムラサキ *Lithospermum erythrorhizon* Siebold et Zuccarini（*Boraginaceae*）の根である．

生薬の性状 本品はやや細長い円すい形を呈し，しばしば分枝し，長さ 6 ～ 10 cm，径 0.5 ～ 1.5 cm である．外面は暗紫色を呈し，粗雑で薄くはがれやすい．多くはねじれた深い縦みぞがあり，時には木部まで達する．根頭には茎の残基を付けていることがある．折りやすく，折面は粒状で，裂け目が多い．横切面をルーペ視するとき，皮部の外側は暗紫色で，内側の淡褐色の部分は不規則な波状を呈し，木部は類黄色である．根頭部の中央はしばしば裂け目となり，その周辺は赤紫色を呈する．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g を試験管にとり，加熱するとき，赤色の蒸気を発し，管の上部壁で凝縮して赤褐色の油滴となる．

（2） 本品の切片又は粉末 0.5 g にエタノール（95）1 mL を加え，振り混ぜて得た赤色溶液に水酸化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色に変わる．更に，この液に希塩酸 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は再び赤色に変わる．

（3） 本品の粉末 0.5 g にエタノール（95）5 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を減圧，40 ℃ 以下で濃縮し，エタノール（95）1 mL を加え，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．このとき，R_f 値 0.75 付近に赤紫色のスポットを認める．

灰　分〈5.01〉 11.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.5 % 以下．

シツリシ

Tribulus Fruit

TRIBULI FRUCTUS

蒺藜子

本品はハマビシ *Tribulus terrestris* Linné（*Zygophyllaceae*）の果実である．

生薬の性状 本品は 5 角星状で，5 個の分果からなり，径 7 ～ 12 mm，しばしば各分果に分離している．外面は灰緑色～灰褐色を呈し，各分果の外面に長短 2 対のとげがある．その 1 対は長さ 3 ～ 7 mm，他は長さ 2 ～ 5 mm である．肋線上に多くの小突起がある．果皮は堅く，切面は淡黄色を呈する．分果は 1 ～ 3 個の種子を含む．

本品はほとんどにおいがなく，味は初め緩和で，後に苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外果皮は 1 層の表皮からなり，中果皮は柔組織と厚壁細胞層からなり，内果皮は数層の繊維細胞層からなる．中果皮と内果皮との間にはシュウ酸カルシウムの単晶を含む 1 層の細胞層がある．種子の子葉中には油滴及びアリューロン粒を含み，でんぷん粒が認められることがある．

確認試験 本品の粉末 2 g にメタノール 5 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水混液（40：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．

純度試験

（1） 果柄　本品は果柄 4.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈5.01〉 本品は果柄以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 11.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 13.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　8.5 % 以上．

シャクヤク

Peony Root

PAEONIAE RADIX

芍薬

本品はシャクヤク *Paeonia lactiflora* Pallas（*Paeoniaceae*）の根である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46）2.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は円柱形を呈し，長さ 7 ～ 20 cm，径 1 ～ 2.5 cm，外面は褐色～淡灰褐色で，明らかな縦じわ及びいぼ状の側根の跡と横長の皮目がある．横切面はち密で淡灰褐色を呈し，木部は淡褐色の放射状の線がある．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後に渋くてわずかに苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g にエタノール（95）30 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 3 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色～青緑色を呈し，後に暗青紫色～暗緑色に変わる．

（2） 本品の粉末 2 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 5 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈5.01〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

定 量 法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2） 50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にと

り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（850：150：1）

流量：ペオニフロリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

シャクヤク末

Powdered Peony Root

PAEONIAE RADIX PULVERATA

芍薬末

本品は「シャクヤク」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$：480.46）2.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は淡灰褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後に渋くてわずかに苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片，コルク組織の破片，道管の破片，仮道管の破片，木部繊維の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む結晶細胞列の破片を認める．でんぷん粒は単粒，ときに 2 ～ 3 個の複粒で，単粒の径は 5 ～ 25 μm である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g にエタノール（95）30 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 3 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色～青緑色を呈し，後に暗青紫色～暗緑色に変わる．

（2） 本品 2 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 5 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，淡黄色の石細胞及び繊維の群を認めない．

灰 分〈5.01〉 6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

乾燥減量〈5.01〉 14.0 % 以下（6 時間）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にペオニフロリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のペオニフロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ペオニフロリン（$C_{23}H_{28}O_{11}$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したペオニフロリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（850：150：1）

流量：ペオニフロリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ペオニフロリン標準品及びアルビフロリン 1 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルビフロリン，ペオニフロリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペオニフロリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

ジャショウシ

Cnidium Monnieri Fruit

CNIDII MONNIERIS FRUCTUS

蛇床子

本品は *Cnidium monnieri* Cusson（*Umbelliferae*）の果実である．

生薬の性状　本品はだ円体の双懸果で，しばしば分離している．長さ 2 ～ 3 mm，幅 1 ～ 2 mm，外面は淡褐色～褐色を呈し，各分果には通例 5 本の翼状を呈する隆起線がある．分果の接合面はほぼ平らである．

本品は特異なにおいがあり，かめば特異な香気があり，後やや麻ひ性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，各隆起線間に 1 個の油道があり，分果が果柄に合着する面には通例 2 個の油道がある．隆起線はやや木化した柔細胞からなり，基部には維管束がある．隆起線の表皮細胞及び柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を含み，胚乳の柔細胞中には油滴及びアリューロン粒を含み，でんぷん粒が認められることがある．

確認試験　本品の粉末 1 g に酢酸エチル 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用オストール 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　17.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　8.0 % 以上．

シャゼンシ

Plantago Seed

PLANTAGINIS SEMEN

車前子

本品はオオバコ *Plantago asiatica* Linné（*Plantaginaceae*）の種子である．

生薬の性状　本品は偏だ円体で，長さ 2 ～ 2.5 mm，幅 0.7 ～ 1 mm，厚さ 0.3 ～ 0.5 mm，外面は褐色～黄褐色を呈し，つやがある．ルーペ視するとき，ほぼ平滑で背面は弓状に隆起するが，腹面はややくぼんでいる．珠孔及び背線は認められない．本品 100 粒の質量は約 0.05 g である．

本品はにおいがなく，味はわずかに苦く，粘液性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，種皮は粘液を含む表皮，栄養層及びほぼ等径性の細胞からなる色素層の 3 層からなり，その内側には種皮より厚い内乳が 2 枚の子葉を包んでいる．

確認試験

（1）　本品 1 g に温湯 2 mL を加えて 10 分間放置するとき，種皮は膨起して粘液を出す．

（2）　本品 1 g に希塩酸 10 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，この液 3 mL にフェーリング試液 1 mL を加えて加温するとき，赤色の沈殿を生じる．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　5.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0 % 以下．

シャゼンソウ

Plantago Herb

PLANTAGINIS HERBA

車前草

本品はオオバコ *Plantago asiatica* Linné（*Plantaginaceae*）の花期の全草である．

生薬の性状　本品は，通例，縮んでしわのよった葉及び花茎からなり，灰緑色～暗黄緑色を呈する．水に浸してしわを延ばすと，葉身は卵形～広卵形で，長さ 4 ～ 15 cm，幅 3 ～ 8 cm，先端は鋭頭，基部は急に細まり，辺縁はやや波状を呈し，明らかな平行脈があり，無毛又はほとんど無毛である．葉柄は葉身よりやや長く，基部はややふくらんで薄膜性の葉しょうを付ける．花茎は長さ 10 ～ 50 cm で，上部の 1/3 ～ 1/2 は穂状花序となり，小形の花を密に付け，しばしば花序の下部は結実してがい果を付ける．根は，通例，切除されているが，付けているものでは細いものが密生する．

本品はわずかににおいがあり，味はない．

確認試験　本品の粉末 2.0 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 3 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）試液を噴霧するとき，R_f 値 0.5 付近に暗青色のスポットを認める．

灰　分〈*5.01*〉　15.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　14.0 % 以上．

苦味重曹水

Sodium Bicarbonate and Bitter Tincture Mixture

製　法

炭酸水素ナトリウム	30　g
苦味チンキ	20 mL
常水又は精製水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，用時製する．

性　状　本品は類黄色澄明の液で，味は苦い．
貯　法　容　器　気密容器．

ジュウヤク
Houttuynia Herb
HOUTTUYNIAE HERBA
十薬

本品はドクダミ *Houttuynia cordata* Thunberg（*Saururaceae*）の花期の地上部である．

生薬の性状　本品は茎に互生した葉及び花穂からなり，茎は淡褐色を呈し，縦みぞと隆起する節がある．水に浸してしわを延ばすと，葉は広卵状心臓形で，長さ 3 ～ 8 cm，幅 3 ～ 6 cm，淡緑褐色を呈し，全縁で，先端は鋭くとがる．葉柄は長く，基部に膜質のたく葉が付いている．花穂は 1 ～ 3 cm，淡黄褐色で無花被の多数の小形の花を付け，その基部に長卵円形の淡黄色～淡黄褐色の総包 4 枚がある．

本品はわずかににおいがあり，味はない．

確認試験　本品の粉末 2 g に酢酸エチル 20 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に水 10 mL を加え，水浴上で 2 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液を分液漏斗にとり，酢酸エチル 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，酢酸エチル液 15 mL を分取し，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール 5 mL に溶かし，リボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加えて放置するとき，液は淡赤色～赤色を呈する．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品は根茎，根及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　14.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　3.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　10.0 % 以上．

シュクシャ
Amomum Seed
AMOMI SEMEN
縮砂

本品は *Amomum xanthioides* Wallich（*Zingiberaceae*）の種子の塊である．

生薬の性状　本品はほぼ球形又はだ円球形を呈し，長さ 1 ～ 1.5 cm，径 0.8 ～ 1 cm，外面は灰褐色～暗褐色を呈し，石灰を散布して乾燥したものは白粉を付けている．種子塊は薄い膜で 3 部に分かれ，各部には仮種皮によって接合する 10 ～ 20 粒の種子がある．種子は多角形の粒状で，長さ 0.3 ～ 0.5 cm，径約 0.3 cm，外面には暗褐色で多数の細かい突起があり，質は堅い．種子を背線に沿って縦断し，ルーペ視するとき，切面は細長く，へそは深くくぼみ，合点はややくぼんでいる．周乳は白色で，淡黄色の内乳及び胚を包み，胚は細長い．

本品は砕くとき特異な芳香があり，味は辛い．

灰　分〈*5.01*〉　9.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　3.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末 30.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.6 mL 以上である．

シュクシャ末
Powdered Amomum Seed
AMOMI SEMEN PULVERATUM
縮砂末

本品は「シュクシャ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰褐色を呈し，特異な芳香があり，味は辛い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒を充満し，シュウ酸カルシウムの結晶を含む波形を呈する周乳の細胞の破片，黄色長形の種皮の表皮細胞及びこれと直交する薄膜の組織の破片，多角形で膜の厚い褐色の石細胞群の破片を認める．

灰　分〈*5.01*〉　9.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　3.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品 30.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.4 mL 以上である．

貯　法　容　器　気密容器．

ショウキョウ
Ginger
ZINGIBERIS RHIZOMA
生姜
乾生姜

本品はショウガ *Zingiber officinale* Roscoe（*Zingiberaceae*）の根茎である．

生薬の性状　本品は偏圧した不規則な塊状でしばしば分枝する．分枝した各部はやや湾曲した卵形又は長卵形を呈し，長さ 2 ～ 4 cm，径 1 ～ 2 cm である．外面は灰白色～淡灰褐色で，しばしば白粉を付けている．折面はやや繊維性，粉性で，淡黄褐色を呈する．横切面をルーペ視するとき，皮層と中心柱は明瞭に区別され，その全面に維管束及び分泌物が暗褐色の細点として散在する．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

確認試験　本品の粉末 2 g にジエチルエーテル 5 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈5.01〉 8.0 % 以下．

ショウキョウ末

Powdered Ginger

ZINGIBERIS RHIZOMA PULVERATUM

生姜末

乾生姜末

本品は「ショウキョウ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡灰褐色～淡灰黄色を呈し，特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主としてでんぷん粒及びこれを含む柔細胞の破片を認め，更に黄褐色～暗褐色の樹脂よう物質又はシュウ酸カルシウムの単晶を含む柔細胞，膜孔の明らかな繊維の破片，らせん紋，環紋及び網紋道管の破片，まれにコルク組織の破片を認める．でんぷん粒は単粒，複粒及び半複粒で球形，卵形又は袋形で，へそは偏在し，長径は通例 20～ 30 μm である．

確認試験 本品 2 g にジエチルエーテル 5 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞，木化した柔細胞及びその他の異物を認めない．

灰　分〈5.01〉 8.0 % 以下．

貯　法　容　器 気密容器．

ショウズク

Cardamon

CARDAMOMI FRUCTUS

小豆蔻

本品は *Elettaria cardamomum* Maton（*Zingiberaceae*）の果実である．本品は用時種子のみを用いる．

生薬の性状 本品はほぼ長だ円球形を呈し，長さ 1 ～ 2 cm，径 0.5 ～ 1 cm である．外面は淡黄色で 3 本の鈍い稜と多数の縦線があり，一端には 0.1 ～ 0.2 cm の小突起がある．果皮は薄く軽く繊維性である．内部は薄い膜によって縦に 3 室に分かれ，各室中には仮種皮によって接合する 3 ～ 7 個の種子がある．種子は不整有角性の卵形を呈し，長さ 0.3 ～ 0.4 cm で，暗褐色～黒褐色である．背部は凸形で，腹部には深い縦みぞがあり，外面には粗雑な小隆起がある．

本品は特異な芳香があり，味は辛くてわずかに苦く，果皮はにおい及び味がない．

灰　分〈5.01〉 6.0 % 以下（種子）．

酸不溶性灰分〈5.01〉 4.0 % 以下（種子）．

精油含量〈5.01〉 本品の種子の粉末 30.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 1.0 mL 以上である．

ショウマ

Cimicifuga Rhizome

CIMICIFUGAE RHIZOMA

升麻

本品はサラシナショウマ *Cimicifuga simplex* Wormskjord，*Cimicifuga dahurica*（*Turcz.*）Maximmowicz，*Cimicifuga foetida* Linné 又は *Cimicifuga heracleifolia* Komarov（*Ranunculaceae*）の根茎である．

生薬の性状 本品は結節状不整形を呈し，長さ 6 ～ 18 cm，径 1 ～ 2.5 cm である．外面は暗褐色～黒褐色で，多数の根の残基を付ける．また，しばしば地上茎の残基があり，その中央はくぼみ，周辺は色がうすく，放射状の模様を呈する．折面は繊維性で，髄は暗褐色を呈し，しばしばうつろになっている．質は軽くて堅い．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦くてわずかに渋い．

純度試験 アカショウマ 本品の粉末を鏡検〈5.01〉するとき，柔組織中に集晶を認めない．

灰　分〈5.01〉 9.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 18.0 % 以上．

シンイ

Magnolia Flower

MAGNOLIAE FLOS

辛夷

本品はタムシバ *Magnolia salicifolia* Maximowicz，コブシ *Magnolia kobus* De Candolle，*Magnolia biondii* Pampanini，*Magnolia sprengeri* Pampanini 又はハクモクレ

ン *Magnolia denudata* Desrousseaux（*Magnoliaceae*）のつぼみである．

生薬の性状 本品は紡錘形を呈し，長さ 15 ～ 45 mm，中央の径 6 ～ 20 mm，基部にしばしば木質の花柄を付ける．ほう葉は，通例，3 枚で，外面には毛がまばらにあって褐色～暗褐色を呈するか，又は密毛があって灰白色～淡黄褐色を呈し，内面は平滑で暗褐色を呈する．内部に 9 枚又は 12 枚の花被片があり，花被片は同形又は外側の 3 枚が小さい．雄ずいは 50 ～ 100 本あり，雌ずいも多数ある．質はもろい．

本品は特有のにおいがあり，味は辛くて，やや苦い．

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 10 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/ギ酸混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f 値 0.3 付近に黄赤色のスポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 5.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス　13.0 % 以上．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.5 mL 以上である．

セッコウ

Gypsum

GYPSUM FIBROSUM

石膏

本品は天然の含水硫酸カルシウムで，組成はほぼ $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ である．

生薬の性状 本品は光沢のある白色の重い繊維状結晶塊で，砕くと容易に針状～微細結晶性の粉末となる．

本品はにおい及び味がない．

本品は水に溶けにくい．

確認試験 本品の粉末 1 g に水 20 mL を加え，しばしば振り混ぜながら 30 分間放置した後，ろ過する．ろ液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2）及び（3）並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 4.0 g に酢酸（100）4 mL 及び水 96 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とした後，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 4.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

焼セッコウ

Exsiccated Gypsum

焼石膏

本品はほぼ $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ の組成を有する．

性　状　本品は白色～灰白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品を空気中に放置するとき，徐々に水分を吸収して固結性を失う．

本品を 200 ℃ 以上に加熱して無水物とするとき，固結性を失う．

確認試験 本品 1 g に水 20 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2）及び（3）並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 アルカリ　本品 3.0 g を共栓試験管にとり，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき，液は赤色を呈しない．

固結試験 本品 10.0 g に水 10 mL を加え，直ちに 3 分間かき混ぜて放置するとき，指で押さえても水分がでなくなるまでに要する時間は，初めに水を加えたときから 10 分間以内である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セネガ

Senega

SENEGAE RADIX

本品はセネガ *Polygala senega* Linné 又はヒロハセネガ *Polygala senega* Linné var. *latifolia* Torrey et Gray（*Polygalaceae*）の根である．

生薬の性状 本品は細長い円すい形を呈し，多くは分枝し，長さ 3 ～ 10 cm，主根の径は 0.5 ～ 1.5 cm である．外面は淡灰褐色～灰褐色を呈し，多くの縦じわがあり，ときにはねじれた隆起線がある．根頭部は塊状で，茎の残基及び赤色の芽を付けることがある．分枝した側根はねじれて屈曲する．横切面の皮部は灰褐色，木部は類黄白色で，通例，円形であるが，ときにはくさび形～半円形に欠け込み，その反対側の皮部は厚くなる．

本品はサリチル酸メチルようの特異なにおいがあり，味は初め甘く，後にえぐい．

本品の横切面を鏡検〈*5.01*〉するとき，主根部ではコルク層は数層の淡褐色のコルク細胞からなり，二次皮部は 1 ～ 3 列の放射組織をはさんで柔細胞及び師管からなる．木部の放射組織は明瞭ではない．本品の柔細胞は油滴状の内容物を含むが，でんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの結晶を含まない．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品の粉末 0.5 g に水 30 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL に水 50 mL を混和した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペ

クトルを測定するとき，波長 317 nm 付近に吸収の極大を示す．

純度試験

（1） 茎　本品は茎 2.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉　本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0 % 以上．

セネガ末

Powdered Senega

SENEGAE RADIX PULVERATA

本品は「セネガ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡褐色を呈し，サリチル酸メチルようの特異なにおいがあり，味は初め甘く，後にえぐい．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，孔紋及び網紋道管の破片，仮道管の破片，斜めの膜孔のある木部繊維の破片，単膜孔のある木部柔細胞の破片，油滴状の内容物を含む師部柔組織の破片，しばしば膜がコルク化して娘細胞に分かれた外皮の破片を認める．油滴状の内容物はズダンⅢ試液で赤く染まる．本品の柔細胞はでんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの結晶を含まない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水 10 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

（2） 本品 0.5 g に水 30 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL に水 50 mL を混和した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 317 nm 付近に吸収の極大を示す．

純度試験　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞，でんぷん粒又はシュウ酸カルシウムの結晶を認めない．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0 % 以上．

セネガシロップ

Senega Syrup

製　法

セネガ，中切	40　g
白糖	780　g
10 vol% エタノール	適　量
精製水	適　量
全　　量	1000 mL

「セネガ」に 10 vol% エタノール 400 mL を加え，1 ～ 2 日間浸漬し，浸出液をろ過し，残留物に更に 10 vol% エタノール少量ずつを加えて洗い，洗液はろ過してろ液に合わせ，全量を約 500 mL とし，これに「白糖」を加え，必要ならば加温して溶かし，更に「精製水」を加え，1000 mL として製する．ただし，10 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は黄褐色の濃稠な液で，サリチル酸メチルようの特異なにおいがあり，味は甘い．

確認試験　本品 1 mL に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき，持続性の細かい泡を生じる．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

センキュウ

Cnidium Rhizome

CNIDII RHIZOMA

川芎

本品はセンキュウ *Cnidium officinale* Makino（*Umbelliferae*）の根茎を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状　本品は不規則な塊状を呈し，ときには縦割され，長さ 5 ～ 10 cm，径 3 ～ 5 cm である．外面は灰褐色～暗褐色で，重なり合った結節があり，その表面にこぶ状の隆起がある．縦断面は辺縁が不整に分枝し，内面は灰白色～灰褐色，半透明でときにはうつろがある．本品の質は密で堅い．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮部及び髄には油道が散在する．木部には厚膜で木化した木部繊維が大小不同の群をなして存在する．でんぷん粒は，通例，のり化しているが，まれに径 5 ～ 25 μm の粒として認めることがある．シュウ酸カルシウムの結晶は認めない．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下．

センキュウ末

Powdered Cnidium Rhizome

CNIDII RHIZOMA PULVERATUM

川芎末

本品は「センキュウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は灰色～淡灰褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，無色ののり化したでんぷんの塊とこれを含む柔組織の破片，径 15 ～ 30 μm の階紋及び網紋道管の破片，径 20 ～ 60 μm の厚膜で木化した木部繊維の破片，黄褐色のコルク組織の破片，分泌組織の破片を認める．

純度試験　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，多量のでんぷん粒，石細胞，シュウ酸カルシウムの結晶及びその他の異物を認めない．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器.

センコツ

Nuphar Rhizome

NUPHARIS RHIZOMA

川骨

本品はコウホネ *Nuphar japonicum* De Candolle（*Nymphaeaceae*）の根茎を縦割したものである.

生薬の性状　本品は，通例，不整円柱形を縦割した片で，ねじれ，曲がり又は多少押しつぶされている．長さ 20 ～ 30 cm，幅約 2 cm である．外面は暗褐色，断面は白色～灰白色を呈し，一面には径約 1 cm のほぼ円形～やや三角形の葉柄の跡があり，他面には径 0.3 cm 以下の多くの根の跡がある．質は軽く海綿ようで折りやすく，折面は平らで粉性である．横切面をルーペ視するとき，外辺は黒色で，内部は多孔性の組織からなり，維管束が散在する.

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに苦く不快である.

確認試験　本品の粉末 1 g にメタノール 20 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に希酢酸 5 mL を加え，水浴上で 1 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 1 滴をろ紙上に滴下し，風乾後，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧して放置するとき，黄赤色を呈する.

純度試験

（1）　葉柄　本品は葉柄 3.0 % 以上を含まない.

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は葉柄以外の異物 1.0 % 以上を含まない.

乾燥減量〈*5.01*〉　15.0 % 以下（6 時間）.

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下.

センソ

Toad Venom

BUFONIS VENENUM

蟾酥

本品はシナヒキガエル *Bufo bufo gargarizans* Cantor 又は *Bufo melanostictus* Schneider（*Bufonidae*）の毒腺の分泌物を集めたものである.

本品を乾燥したものは，ブフォステロイドとして 5.8 % 以上を含む.

生薬の性状　本品は底面がくぼみ，上面が盛り上がった円盤形を呈し，径約 8 cm，厚さ約 1.5 cm，1 個の質量 80 ～ 90 g，又は両面がほぼ平らな円盤形で，径約 3 cm，厚さ約 0.5 cm，1 個の質量約 8 g である．外面は赤褐色～黒褐色で，ややつやがあり，ほぼ均等な角質で堅く，折りにくい．破砕面はほぼ平らで，破片の辺縁は赤褐色，半透明である.

本品はにおいがなく，味は初め苦く刺激性で，後に持続性の麻ひ感を生じる.

確認試験　本品の粉末 1 g にアセトン 10 mL を加え，10 分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン 5 mg をアセトン 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン混液（3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい.

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下.

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0 % 以下.

成分含量測定法　本品の粉末をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタノール 50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール 30 mL で洗い，洗液及びろ液を合わせる．この液にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用ブファリン，成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニンをデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，それぞれ約 10 mg，約 20 mg 及び約 20 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するブファリンのピーク面積の比 Q_{TB} 及び Q_{SB}，シノブファギンのピーク面積の比 Q_{TC} 及び Q_{SC} 並びにレジブフォゲニンのピーク面積の比 Q_{TR} 及び Q_{SR} を求め，次式によりブファリン，シノブファギン及びレジブフォゲニンの量を計算し，それらの合計をブフォステロイドの量とする.

ブファリンの量（mg）$= W_{SB} \times (Q_{TB} / Q_{SB})$

シノブファギンの量（mg）$= W_{SC} \times (Q_{TC} / Q_{SC})$

レジブフォゲニンの量（mg）$= W_{SR} \times (Q_{TR} / Q_{SR})$

W_{SB}：成分含量測定用ブファリンの秤取量（mg）
W_{SC}：成分含量測定用シノブファギンの秤取量（mg）
W_{SR}：成分含量測定用レジブフォゲニンの秤取量（mg）

内標準溶液　インドメタシンのメタノール溶液（1 → 4000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（11：9）

流量：内標準物質の保持時間が 16 ～ 19 分になるように調整する.

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブファリン，シノブファギン，レジブフォゲニン，内標準物質の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

センナ

Senna Leaf

SENNAE FOLIUM

本品は *Cassia angustifolia* Vahl 又は *Cassia acutifolia* Delile（*Leguminosae*）の小葉である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総センノシド〔センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）及びセンノシド B（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）〕1.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品はひ針形～狭ひ針形を呈し，長さ 1.5 ～ 5 cm，幅 0.5 ～ 1.5 cm，淡灰黄色～淡灰黄緑色である．全縁で先端はとがり，葉脚は非相称，小葉柄は短い．ルーペ視するとき，葉脈は浮き出て，一次側脈は辺縁に沿って上昇し，直上の側脈に合一する．下面はわずかに毛がある．

本品は弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，両面の表皮は厚いクチクラを有し，多数の気孔及び厚膜で表面に粒状突起のある単細胞毛があり，表皮細胞はしばしば葉面に平行な隔壁によって 2 層に分かれ，内層に粘液を含む．両面の表皮下には 1 層のさく状組織があり，海綿状組織は 3 ～ 4 層からなり，シュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を含む．維管束に接する細胞は結晶細胞列を形成する．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，2 分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液 5 mL を加えるとき，水層は黄赤色を呈する．また，ジエチルエーテルで抽出した残留物に水 10 mL を加え，2 分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液 5 mL を加えるとき，水層は黄赤色を呈する．

（2） 本品の粉末 2 g にテトラヒドロフラン/水混液（7：3）40 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム 13 g を加え，30 分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 1.5 に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン 30 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品 1 mg をテトラヒドロフラン/水混液（7：3）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（40：40：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 葉軸及び果実 本品は葉軸及び果実 5.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は葉軸及び果実以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

（3） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈*5.01*〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 12.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.0 % 以下．

定 量 法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（7 → 10）25 mL を加え，30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール（7 → 10）10 mL ずつで 2 回 10 分間振り混ぜて遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）に溶かし，正確に 20 mL とし，標準原液（1）とする．また，センノシド B 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）に溶かし，正確に 20 mL とし，標準原液（2）とする．標準原液（1）5 mL 及び標準原液（2）10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積 A_{Sa} 及び A_{Sb} を測定する．次式によりセンノシド A 及びセンノシド B の量を求め，それらの合計を総センノシドの量とする．

センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / 4)$

センノシド B（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / 2)$

W_{Sa}：脱水物に換算したセンノシド A 標準品の秤取量（mg）

W_{Sb}：脱水物に換算したセンノシド B 標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（1 → 10）/アセトニトリル混液（17：8）1000 mL に臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 2.45 g を加えて溶かす．

流量：センノシド A の保持時間が約 26 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，センノシド B，センノシド A の順に溶出し，その分離度は 15 以上で，センノシド A のピークの理論段数は 8000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

センナ末

Powdered Senna Leaf

SENNAE FOLIUM PULVERATUM

本品は「センナ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，総センノシド〔センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）及びセンノシド B（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）〕1.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は淡黄色～淡灰黄緑色を呈し，弱いにおいがあり，味は苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，道管の破片，結晶細胞列を伴う葉脈の組織の破片，厚膜で湾曲した単細胞毛の破片，さく状組織の破片，海綿状組織の破片，径 10 ～ 20 μm のシュウ酸カルシウムの集晶及び単晶を認める．

確認試験

（1） 本品 0.5 g にジエチルエーテル 10 mL を加え，2 分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液 5 mL を加えるとき，水層は黄赤色を呈する．また，ジエチルエーテルで抽出した残留物に水 10 mL を加え，2 分間冷浸した後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液 5 mL を加えるとき，水層は黄赤色を呈する．

（2） 本品 2 g にテトラヒドロフラン/水混液（7：3）40 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム 13 g を加え，30 分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 1.5 に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン 30 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品 1 mg をテトラヒドロフラン/水混液（7：3）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（40：40：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，石細胞及び太い繊維を認めない．

（2） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 12.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（7 → 10）25 mL を加え，30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール（7 → 10）10 mL ずつを 2 回加え，それぞれ 10 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）に溶かし，正確に 20 mL とし，標準原液（1）とする．また，センノシド B 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）に溶かし，正確に 20 mL とし，標準原液（2）とする．標準原液（1）5 mL 及び標準原液（2）10 mL ずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液のセンノシド A 及びセンノシド B のピーク面積 A_{Sa} 及び A_{Sb} を測定する．次式によりセンノシド A 及びセンノシド B の量を求め，それらの合計を総センノシドの量とする．

センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / 4)$

センノシド B（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / 2)$

W_{Sa}：脱水物に換算したセンノシド A 標準品の秤取量（mg）

W_{Sb}：脱水物に換算したセンノシド B 標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（1 → 10）/アセトニトリル混液（17：8）1000 mL に臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 2.45 g を加えて溶かす．

流量：センノシド A の保持時間が約 26 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，センノシド B，センノシド A の順に溶出し，その分離度は 15 以上で，センノシド A のピークの理論段数は 8000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

センブリ

Swertia Herb

SWERTIAE HERBA

当薬

本品はセンブリ *Swertia japonica* Makino（*Gentianaceae*）の開花期の全草である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，スウェルチアマリン（$C_{16}H_{22}O_{10}$：374.34）2.0 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は花，対生する葉，茎及び通例短い木質の根からなり，長さ 20 cm に達する．茎は方柱形で，径約 0.2 cm，しばしば分枝する．葉及び茎は暗緑色～暗紫色又は黄褐色で，花は白色～類白色，根は黄褐色を呈する．水に浸してしわを延ばすと，葉は線形～狭ひ針形で，長さ 1 ～ 4 cm，幅 0.1 ～ 0.5 cm，全縁で無柄である．花冠は 5 深裂し，裂片は狭長だ円形で，ルーペ視するとき，内面の基部に 2 個のだ円形の蜜腺が並列し，その周辺はまつ毛状を呈する．雄ずいは 5 個で，花冠の筒部から生じ，花冠の裂片と交互に配列する．花柄は明らかである．

本品はわずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

確認試験　本品の粉末 2 g にエタノール（95）10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/1-プロパノール/水混液（6：4：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験　異物〈*5.01*〉　本品はわら及びその他の異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　6.5 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　20.0 % 以上．

定 量 法　本品の中末約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール 40 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更にメタノール 40 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のスウェルチアマリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

スウェルチアマリン（$C_{16}H_{22}O_{10}$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：脱水物に換算したスウェルチアマリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（91：9）

流量：スウェルチアマリンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スウェルチアマリン標準品 1 mg 及びテオフィリン 1 mg を移動相に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，スウェルチアマリンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スウェルチアマリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

センブリ末

Powdered Swertia Herb

SWERTIAE HERBA PULVERATA

当薬末

本品は「センブリ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，スウェルチアマリン（$C_{16}H_{22}O_{10}$：374.34）2.0 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は灰黄緑色～黄褐色を呈し，わずかににおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，繊維を伴う木部組織（茎及び根の要素），同化組織（葉及びがくの要素），条線のある表皮（茎及び花柄の要素），らせん紋道管を有する花冠及び花糸の組織，やく及びその内側壁の細胞，径約 30 μm で粒状模様のある球形の花粉（花の要素）を認める．その他，網目状の表皮（種子の要素），少量の果皮の組織片を認めることがある．でんぷん粒は単粒で，径は約 6 μm で，その量は極めてわずかである．

確認試験　本品 2 g にエタノール（95）10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/1-プロパノール/水混液（6：4：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た数個

のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，シュウ酸カルシウムの結晶，多量のでんぷん粒及び石細胞群を認めない．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 20.0 % 以上．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール 40 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更にメタノール 40 mL を加え，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のスウェルチアマリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

スウェルチアマリン（$C_{16}H_{22}O_{10}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：脱水物に換算したスウェルチアマリン標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（91：9）
流量：スウェルチアマリンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：スウェルチアマリン標準品 1 mg 及びテオフィリン 1 mg を移動相に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，スウェルチアマリンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スウェルチアマリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

センブリ・重曹散
Swertia and Sodium Bicarbonate Powder

製 法

センブリ末	30 g
炭酸水素ナトリウム	700 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品は淡灰黄色で，味は苦い．

確認試験

（1） 本品 10 g にエタノール（95）10 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にスウェルチアマリン標準品 1 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットし，以下「センブリ末」の確認試験を準用する．

（2）本品 0.5 g に水 10 mL を加え，かき混ぜた後，毎分 500 回転で遠心分離する．沈殿少量をガラス棒の先でスライドガラスに塗抹し，その上に水/グリセリン混液（1：1）を 1 滴滴加した後，組織片が重ならないように，ほぼ均等に広がり，また気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆い，鏡検用プレパラートとする．沈殿が 2 層に分離するものでは，その上層をとり，同様に操作して鏡検用プレパラートとする．鏡検用プレパラートを短時間加熱後，鏡検〈5.01〉するとき，ほぼ球形で黄緑色～黄褐色の，粒状模様のある花粉粒を認め，その径は 25 ～ 34 μm である．

（3）（2）で遠心分離して得た上澄液は，炭酸水素塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

貯 法 容 器 密閉容器．

ソウジュツ
Atractylodes Lancea Rhizome
ATRACTYLODIS LANCEAE RHIZOMA
蒼朮

本品はホソバオケラ *Atractylodes lancea* De Candolle 又は *Atractylodes chinensis* Koidzumi（*Compositae*）の根茎である．

生薬の性状 本品は不規則に屈曲した円柱形を呈し，長さ 3 ～ 10 cm，径 1 ～ 2.5 cm，外面は暗灰褐色～暗黄褐色である．横切面はほぼ円形で，淡褐色～赤褐色の分泌物による細点を認める．

本品はしばしば白色綿状の結晶を析出する．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，周皮には石細胞を伴い，皮部の柔組織中には，通例，繊維束を欠き，放射組織の末端部には淡褐色～黄褐色の内容物を含む油室がある．木部は形成層に接して道管を囲んだ繊維束が放射状に配列し，髄及び放射組織中には皮部と同様な油室がある．柔細胞中に

はイヌリンの球晶及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） ビャクジュツ 本品の粉末 0.5 g にエタノール（95）5 mL を加え，水浴中で 2 分間温浸してろ過した液 2 mL にバニリン・塩酸試液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜるとき，液は 1 分以内に赤色～赤紫色を呈しない．

灰 分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.7 mL 以上である．

ソウジュツ末

Powdered Atractylodes Lancea Rhizome

ATRACTYLODIS LANCEAE RHIZOMA PULVERATUM

蒼朮末

本品は「ソウジュツ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，主として柔細胞，イヌリンの球晶，シュウ酸カルシウムの小針晶を含む柔細胞の破片を認め，更に淡黄色の厚膜繊維の破片，石細胞の破片，コルク組織の破片，少数の網紋及び階紋道管の破片，黄褐色の分泌物の小塊又は油滴を認め，でんぷん粒は認めない．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） ビャクジュツ末 本品 0.5 g にエタノール（95）5 mL を加え，水浴中で 2 分間温浸してろ過した液 2 mL にバニリン・塩酸試液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜるとき，液は 1 分以内に赤色～赤紫色を呈しない．

灰 分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.5 mL 以上である．

貯 法 容 器 気密容器．

ソウハクヒ

Mulberry Bark

MORI CORTEX

桑白皮

本品はマグワ *Morus alba* Linné（*Moraceae*）の根皮である．

生薬の性状 本品は管状，半管状又は帯状の皮片で，厚さ 1 ～ 6 mm，しばしば細かく横切される．外面は白色～黄褐色を呈し，周皮を付けたものは，周皮が黄褐色ではがれやすく，多くの細かい縦じわと赤紫色で横長の皮目が多数ある．内面は暗黄褐色で，平らである．横切面は繊維性で白色～淡褐色である．

本品はわずかににおい及び味がある．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮を付けたものでは外側は 5 ～ 12 層のコルク細胞からなる．皮部にはところどころに師部繊維又はその束があり，師部柔組織と交互に階段状に配列し，乳管，シュウ酸カルシウムの単晶及びでんぷん粒を認める．でんぷん粒は球形～だ円形の単粒又は複粒で，単粒の径は 1 ～ 7 μm である．

確認試験 本品の粉末 1 g にヘキサン 20 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間加熱した後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下でヘキサンを留去し，残留物を無水酢酸 10 mL に溶かし，その 0.5 mL を試験管にとり，硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する．

純度試験 異物〈*5.01*〉 本品は根の木部及びその他の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰 分〈*5.01*〉 11.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

ソボク

Sappan Wood

SAPPAN LIGNUM

蘇木

本品は *Caesalpinia sappan* Linné （*Leguminosae*）の心材である．

生薬の性状 本品は切片，削片又は短い木片で，黄赤色～灰黄褐色を呈し，ときには淡褐色～灰白色の辺材を付けることがある．質は堅い．横断面には年輪ようの紋様がある．

本品はにおい及び味がほとんどない．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，1 ～ 2 列の細長い細胞からなる放射組織がある．放射組織間は繊維細胞からなり，だ円形で大きな道管が散在する．木部の最も内側の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶が認められる．

確認試験 本品の粉末 0.5 g に希エタノール 10 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

純度試験 本品の小片を水酸化カルシウム試液中に入れるとき，液は紫青色を呈しない．

乾燥減量〈*5.01*〉 11.5 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 7.0 % 以上．

ソヨウ

Perilla Herb

PERILLAE HERBA

紫蘇葉

蘇葉

本品はシソ *Perilla frutescens* Britton var. *acuta* Kudo 又はチリメンジソ *Perilla frutescens* Britton var. *crispa* Decaisne（*Labiatae*）の葉及び枝先である．

生薬の性状 本品は，通例，しわがよって縮んだ葉からなり，しばしば細い茎を含む．葉は両面とも帯褐紫色，又は上面は灰緑色～帯褐緑色で下面は帯褐紫色を呈する．水に浸してしわを延ばすと，葉身は広卵形～倒心形で，長さ 5 ～ 12 cm，幅 5 ～ 8 cm，先端はややとがり，辺縁にきょ歯があり，基部は広いくさび状を呈する．葉柄は長さ 3 ～ 5 cm である．茎及び葉柄の横断面は方形である．葉をルーペ視するとき，両面に毛を認め，毛は葉脈上に多く，他はまばらである．下面には細かい腺毛を認める．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験 精油含量で得た精油とキシレンとの混液 0.3 mL をとり，無水酢酸 1 mL を加えて振り混ぜた後，硫酸 1 滴を加えるとき，液は赤紫色～暗赤紫色を呈する．

純度試験

（1） 茎 本品は径 3 mm 以上の茎 3.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

（3） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉 各々 0.2 ppm 以上．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 16.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.2 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

ダイオウ

Rhubarb

RHEI RHIZOMA

大黄

本品は *Rheum palmatum* Linné，*Rheum tanguticum* Maximowicz，*Rheum officinale* Baillon，*Rheum coreanum* Nakai 又はそれらの種間雑種（*Polygonaceae*）の，通例，根茎である．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）0.25 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は卵形，長卵形又は円柱形を呈し，しばしば横切又は縦割され，径 4 ～ 10 cm，長さ 5 ～ 15 cm である．皮層の大部分を除いたものでは，外面は平滑で，黄褐色～淡褐色を呈し，白色の細かい網目の模様が見られるものがあり，質はち密で堅い．コルク層を付けているものでは，外面は暗褐色又は赤黒色を呈し，あらいしわがあり，質はあらくてもろい．本品の破砕面は繊維性でない．本品の横切面は灰褐色，淡灰褐色又は褐色で，黒褐色に白色及び淡褐色の入り組んだ複雑な模様がある．この模様は形成層の付近でしばしば放射状を呈し，また，髄では径 1 ～ 3 mm の褐色の小円の中心から放射状に走るつむじようの組織からなり，環状に並ぶか，又は不規則に散在している．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに渋くて苦い．かめば細かい砂をかむような感じがあり，だ液を黄色に染める．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，大部分は柔細胞からなり，髄にはところどころに小さい環状の異常形成層があり，その内側には師部，外面には木部が形成されていて，褐色の着色物質を含む 2 ～ 4 列の放射組織を伴い，これが形成層環の中心から放射状に外方に向かって走り，つむじようの組織となる．柔細胞はでんぷん粒，褐色の着色物又はシュウ酸カルシウムの集晶を含む．

確認試験 本品の粉末 2 g にテトラヒドロフラン/水混液（7：3）40 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム 13 g を加え，30 分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 1.5 に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン 30 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品 1 mg をテトラヒドロフラン/水混液（7：3）4 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ 10 mm にスポットする．次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（40：40：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） ラポンチシン 本品の粉末 0.5 g をとり，エタノール（95）10 mL を正確に加え，還流冷却器を付けて水浴上で 10 分間加温した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/メタノール/1-ブタノール混液（26：7：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.3 ～ 0.6 に青白色の蛍光を発するスポットを認めることがあっても青紫色の蛍光を発するスポットを認めない．

乾燥減量〈*5.01*〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 13.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 30.0 % 以上．

定 量 法 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000） 50 mL を正確に加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセンノシド A のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：脱水物に換算したセンノシド A 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）
カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 80）/アセトニトリル混液（4：1）
流量：センノシド A の保持時間が約 15 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：センノシド A 標準品及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 1 mg ずつを炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）に溶かして 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，センノシド A，ナリンギンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

ダイオウ末

Powdered Rhubarb

RHEI RHIZOMA PULVERATUM

大黄末

本品は「ダイオウ」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）0.25 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに渋くて苦い．かめば細かい砂をかむような感じがあり，だ液を黄色に染める．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒，暗褐色の着色物又はシュウ酸カルシウムの集晶，それらを含む柔細胞の破片，網紋道管の破片を認める．でんぷん粒は球形の単粒又は 2 ～ 4 個の複粒で，単粒の径は 3 ～ 18 μm，まれに 30 μm，シュウ酸カルシウムの集晶は径 30 ～ 60 μm で，100 μm を超えるものもある．

確認試験 本品 2 g にテトラヒドロフラン/水混液（7：3）40 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗に移し，塩化ナトリウム 13 g を加え，30 分間振り混ぜる．分離した水層を不溶の塩化ナトリウムと共に分取し，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 1.5 に調整する．この液を別の分液漏斗に移し，テトラヒドロフラン 30 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，分離したテトラヒドロフラン層を分取し，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品 1 mg をテトラヒドロフラン/水混液（7：3）4 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ 10 mm にスポットする．次に 1-プロパノール/酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（40：40：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） ラポンチシン 本品 0.5 g にエタノール（95）10 mL を正確に加え，還流冷却器を付けて水浴上で 10 分間加温した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/メタノール/1-ブタノール混液（26：7：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.3 ～ 0.6 に青白色の蛍光を発するスポットを認めることがあっても青紫色の蛍光を発するスポットを認めない．

乾燥減量〈5.01〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 13.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 30.0 % 以上．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000） 50 mL を正確に加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセンノシド A のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：脱水物に換算したセンノシド A 標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 80）/アセトニトリル混液（4：1）

流量：センノシド A の保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：センノシド A 標準品及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 1 mg ずつを炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）に溶かして 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，センノシド A，ナリンギンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

複方ダイオウ・センナ散
Compound Rhubarb and Senna Powder

製　法

センナ末	110 g
ダイオウ末	110 g
イオウ	555 g
酸化マグネシウム	225 g
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は黄褐色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品 2 g に水 50 mL を加え，水浴上で 30 分間加温した後，ろ過する．ろ液に希塩酸 2 滴を加え，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回振り混ぜ，ジエチルエーテル層を除き，水層に塩酸 5 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，ジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，炭酸水素ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜるとき，水層は赤色を呈する．

貯法容器　密閉容器．

大黄甘草湯エキス
Daiokanzoto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$：862.74）3.5 ～ 10.5 mg 及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）9 ～ 27 mg（カンゾウ 1 g の処方），18 ～ 54 mg（カンゾウ 2 g の処方）を含む．

製　法　「ダイオウ」4 g，「カンゾウ」1 g，又は「ダイオウ」4 g，「カンゾウ」2 g の生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性　状　本品は褐色の粉末で，特異なにおいがあり，味は渋く，後にわずかに甘い．

確認試験

（1）　本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レイン 1 mg をアセトン 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得ただいだい色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（ダイオウ）．

（2）　本品 0.5 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．次に試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，エキス剤（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　7.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

灰　分〈5.01〉　10.0 % 以下．

定量法

（1）　センノシド A　本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸エチル 20 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，酢酸エチル 20 mL を加えて同様に操作し，上層を除く．得られた水層にメタノール 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に薄めたメタノール（1 → 2）20 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取し，先の上澄液と合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセンノシド A 標準品（別途水分を測定しておく）約 5 mg を精

密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセンノシド A のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

センノシド A（$C_{42}H_{38}O_{20}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：脱水物に換算したセンノシド A 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（2460：540：1）
流量：毎分 1.0 mL（センノシド A の保持時間約 14 分）
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，センノシド A のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，センノシド A のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） グリチルリチン酸　本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸エチル 20 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜる．これを遠心分離し，上層を除いた後，酢酸エチル 20 mL を加えて同様に操作し，上層を除く．得られた水層にメタノール 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物に薄めたメタノール（1 → 2）20 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取し，先の上澄液と合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（13：7）
流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

タイソウ

Jujube

ZIZYPHI FRUCTUS

大棗

本品はナツメ *Zizyphus jujuba* Miller var. *inermis* Rehder（*Rhamnaceae*）の果実である．

生薬の性状　本品はだ円球形又は広卵形を呈し，長さ 2 ～ 3 cm，径 1 ～ 2 cm である．外面は赤褐色であらいしわがあるか，又は暗灰赤色で細かいしわがあり，いずれもつやがある．両端はややくぼみ，一端に花柱の跡，他端に果柄の跡がある．外果皮は薄く革質で，中果皮は厚く暗灰褐色を呈し，海綿ようで柔らかく，粘着性があり，内果皮は極めて堅く紡錘形で，2 室に分かれる．種子は卵円形で偏平である．

本品は弱い特異なにおいがあり，味は甘い．

純度試験

（1）変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

（2）総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉　各々 0.2 ppm 以下．

灰　分〈5.01〉　3.0 % 以下．

タクシャ

Alisma Rhizome

ALISMATIS RHIZOMA

沢瀉

本品はサジオモダカ *Alisma orientale* Juzepczuk（*Alismataceae*）の塊茎で，通例，周皮を除いたものである．

生薬の性状　本品は球円形～円すい形を呈し，長さ 3 ～ 8 cm，径 3 ～ 5 cm，ときには 2 ～ 4 に分枝して不定形を呈するものがある．外面は淡灰褐色～淡黄褐色で，わずかに輪帯があり，根の跡が多数の小さいいぼ状突起として存在する．断面はほぼ密で，その周辺は灰褐色，内部は白色～淡黄褐色である．質はやや軽く，砕きにくい．

本品はわずかににおい及び味がある．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品の粉末 1.0 g をとり，第 3 法に

より操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

タクシャ末

Powdered Alisma Rhizome

ALISMATIS RHIZOMA PULVERATUM

沢瀉末

本品は「タクシャ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡灰褐色を呈し，わずかににおい及び味がある．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主としてでんぷん粒及びこれを含む柔組織の破片を認め，更に黄色の内容物を含む柔細胞の破片，維管束の破片を認める．でんぷん粒は単粒で球形～だ円球形，径 3 ～ 15 μm である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

チクセツニンジン

Panax Japonicus Rhizome

PANACIS JAPONICI RHIZOMA

竹節人参

本品はトチバニンジン *Panax japonicus* C. A. Meyer（*Araliaceae*）の根茎を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状 本品は不整の円柱形を呈し，明らかな節があり，長さ 3 ～ 20 cm，径 1 ～ 1.5 cm，節間 1 ～ 2 cm，外面は淡黄褐色で，細い縦みぞがある．中央のくぼんだ茎の跡が上面に突出し，節間には根の跡がこぶ状に隆起している．折りやすく，折面はほぼ平らで淡黄褐色を呈し，角質ようである．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする，別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/ギ酸混液（5：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　30.0 % 以上．

チクセツニンジン末

Powdered Panax Japonicus Rhizome

PANACIS JAPONICI RHIZOMA PULVERATUM

竹節人参末

本品は「チクセツニンジン」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は淡灰黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，主としてでんぷん粒又はのり化したでんぷん塊及びこれらを含む柔細胞の破片を認め，更にコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，師部組織の破片，網紋道管の破片，まれに単穿孔を持つ階紋道管の破片，繊維の破片，繊維束の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む柔細胞の破片，黄色～だいだい黄色の樹脂を認める．でんぷん粒は，単粒及び 2 ～ 4 個の複粒で，単粒の径は 3 ～ 18 μm である．シュウ酸カルシウムの集晶は径 20 ～ 60 μm である．

確認試験 本品 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/ギ酸混液（5：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　30.0 % 以上．

チモ

Anemarrhena Rhizome

ANEMARRHENAE RHIZOMA

知母

本品はハナスゲ *Anemarrhena asphodeloides* Bunge（*Liliaceae*）の根茎である．

生薬の性状 本品はやや偏平なひも状を呈し，長さ 3 ～ 15 cm，径 0.5 ～ 1.5 cm，わずかに湾曲してしばしば分岐する．外面は黄褐色～褐色を呈し，上面には一条の縦みぞと毛状となった葉しょうの残基又は跡が細かい輪節となり，下面には多数の円点状のくぼみとなった根の跡がある．質は軽くて折りやすい．横切面は淡黄褐色を呈し，これをルーペ視するとき，皮部は極めて狭く，中心柱は多孔性を示し，多くの維管束が不規則に点在する．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘く，粘液性で，後に苦い．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g を試験管にとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．また，これをろ過し，ろ液 2 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，黒緑色の沈殿を生じる．

（2） 本品の粉末 0.5 g に無水酢酸 2 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後，ろ過し，ろ液に硫酸 1 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈する．

純度試験 異物〈*5.01*〉 本品は葉の繊維及びその他の異物 3.0 % 以上を含まない．

灰 分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.5 % 以下．

チョウジ

Clove

CARYOPHYLLI FLOS

丁香

丁子

本品はチョウジ *Syzygium aromaticum* Merrill et Perry（*Eugenia caryophyllata* Thunberg）（*Myrtaceae*）のつぼみである．

生薬の性状 本品は暗褐色～暗赤色を呈し，長さ 1 ～ 1.8 cm，やや偏平な四稜柱状の花床と，その上端には厚いがく片 4 枚及び 4 枚の膜質花弁とがあり，花弁は重なり合いほぼ球形を呈する．花弁に包まれた内部には多数の雄ずいと 1 本の花柱とがある．

本品は強い特異なにおいがあり，味は舌をやくようで，後にわずかに舌を麻ひする．

確認試験 精油含量で得た精油とキシレンとの混液 0.1 mL をとり，エタノール（95）2 mL を加えて振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は緑色～青色を呈する．

純度試験

（1） 茎 本品は茎 5.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は茎以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰 分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 0.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 10.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 1.6 mL 以上である．

チョウジ末

Powdered Clove

CARYOPHYLLI FLOS PULVERATUS

丁香末

丁子末

本品は「チョウジ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は暗褐色を呈し，強い特異なにおいがあり，味は舌をやくようで，後にわずかに舌を麻ひする．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，気孔を伴う表皮組織，厚角組織，油室のある柔組織，海綿状の柔組織又はその破片，少数の紡錘形の厚膜繊維，径 6 ～ 10 μm のらせん紋道管，やく及び花粉粒，径 10 ～ 15 μm のシュウ酸カルシウムの集晶を認める．やくの表皮は特異な網状を呈し，花粉粒は径 10 ～ 20 μm の四面体である．シュウ酸カルシウムの集晶は結晶細胞列をなすか，又は厚角細胞及び柔細胞の中に含まれる．

確認試験 精油含量で得た精油とキシレンとの混液 0.1 mL をとり，エタノール（95）2 mL を加えて振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は緑色～青色を呈する．

純度試験 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞及びでんぷん粒を認めない．

灰 分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 0.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品 10.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 1.3 mL 以上である．

貯 法 容 器 気密容器．

チョウジ油

Clove Oil

OLEUM CARYOPHYLLI

丁子油

本品は *Syzygium aromaticum* Merrill et Perry（*Eugenia caryophyllata* Thunberg）（*Myrtaceae*）のつぼみ又は葉を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，総オイゲノール 80.0 vol% 以上を含む．

性 状 本品は無色～淡黄褐色澄明の液で，特異な芳香があり，味は舌をやくようである．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は長く保存するか又は空気中にさらすと褐色に変わる．

確認試験

（1） 本品 5 滴に水酸化カルシウム試液 10 mL を加え，強く振り混ぜるとき，綿状の沈殿を生じ，液は白色～淡黄色を呈する．

（2） 本品 2 滴をエタノール（95）4 mL に加えて溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

屈 折 率〈*2.45*〉 n_D^{20}：1.527 ～ 1.537

旋 光 度〈*2.49*〉 〔α〕$_D^{20}$：0 ～ −1.5°（100 mm）．

比 重〈*1.13*〉 d_{20}^{20}：1.040 ～ 1.068

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 mL を薄めたエタノール（7 → 10）2.0 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 水溶性フェノール類 本品 1.0 mL に熱湯 20 mL を加え，強く振り混ぜ，冷後，水層をろ過し，ろ液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は黄緑色を呈するが，青色～紫色を呈しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 mL をとり，第 2 法により

操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

定 量 法 本品 10.0 mL をカシアフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液 70 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，更に 10 分間水浴中で時々振り動かしながら加温する．冷後，目盛りまで水酸化ナトリウム試液を加え，18 時間静置し，析出した油分の量（mL）を測定する．

総オイゲノールの量（vol%）
= {10 −（析出した油分の量）} × 10

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

チョウトウコウ
Uncaria Hook
UNCARIAE UNCIS CUM RAMULUS
釣藤鉤
釣藤鈎

本品はカギカズラ *Uncaria rhynchophylla* Miquel，*Uncaria sinensis* Haviland 又は *Uncaria macrophylla* Wallich（*Rubiaceae*）の通例とげである．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，総アルカロイド（リンコフィリン及びヒルスチン）0.03 % 以上を含む．

生薬の性状 本品はかぎ状のとげ又はとげが対生又は単生する短い茎からなる．とげは長さ 1 ～ 4 cm で，湾曲して先端はとがり，外面は赤褐色～暗褐色，又は黄褐色を呈し，毛を付けるものもある．横切面は長だ円形～だ円形で，淡褐色を呈する．茎は細長い方柱形～円柱形で，径 2 ～ 5 mm，外面は赤褐色～暗褐色，又は黄褐色を呈し，横切面は方形で，髄は淡褐色で方形～だ円形を呈するか又は空洞化している．質は堅い．

本品はほとんどにおいがなく，味はほとんどない．

本品のとげの横切面を鏡検〈*5.01*〉するとき，表皮のクチクラは平滑又は歯牙状の細かい凹凸があり，師部に外接する繊維はほぼ環状に配列し，皮部の柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの砂晶を認める．

確認試験 本品の粉末 1 g にメタノール 20 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 5 分間煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に希酢酸 5 mL を加え，水浴上で 1 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 1 滴をろ紙上に滴加し，風乾後，噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧して放置するとき，黄赤色を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 4.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 8.5 % 以上．

成分含量測定法 本品の中末約 0.2 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール/希酢酸混液（7：3）30 mL を加え，30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール/希酢酸混液（7：3）10 mL を加えて更に 2 回，同様に操作する．全抽出液を合わせ，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用リンコフィリンをデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，メタノール/希酢酸混液（7：3）に溶かして正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（1）とする．別にヒルスチン 1 mg をメタノール/希酢酸混液（7：3）100 mL に溶かし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液のリンコフィリン及びヒルスチンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液（1）のリンコフィリンのピーク面積 A_S を測定する．

総アルカロイド（リンコフィリン及びヒルスチン）の量（mg）
$= W_S \times \{(A_{Ta} + 1.405A_{Tb}) / A_S\} \times (1 / 20)$

W_S：成分含量測定用リンコフィリンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：酢酸アンモニウム 3.85 g を水 200 mL に溶かし，酢酸（100）10 mL を加え，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 350 mL を加える．
流量：リンコフィリンの保持時間が約 17 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：成分含量測定用リンコフィリン 5 mg をメタノール/希酢酸混液（7：3）100 mL に溶かす．この液 5 mL にアンモニア水（28）1 mL を加え，10 分間還流又は 2 時間約 50 ℃ で加温する．冷後，反応液 1 mL を量り，メタノール/希酢酸混液（7：3）を加えて 5 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，リンコフィリン以外にイソリンコフィリンのピークを認め，リンコフィリンとイソリンコフィリンの分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液（1）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リンコフィリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

チョレイ
Polyporus Sclerotium
POLYPORUS
猪苓

本品はチョレイマイタケ *Polyporus umbellatus* Fries（*Polyporaceae*）の菌核である．

生薬の性状 本品は不整の塊状を呈し，通例，長さ 5 ～ 15 cm である．外面は黒褐色～灰褐色を呈し，多数のくぼみと

あらいしわがある．折りやすく，折面はやや柔らかくコルクようで，ほぼ白色～淡褐色を呈し，内部には白色のまだら模様がある．質は軽い．

本品はにおい及び味がない．

確認試験　本品の粉末 0.5 g にアセトン 5 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸 5 滴に溶かし，硫酸 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，直ちに暗緑色に変わる．

灰　分〈*5.01*〉　16.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

チョレイ末

Powdered Polyporus Sclerotium

POLYPORUS PULVERATUS

猪苓末

本品は「チョレイ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡灰褐色～淡褐色を呈し，わずかににおいがあり，味はわずかに苦く辛く，かめば細かい砂をかむような感じがある．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，無色透明で径 1 ～ 2 μm，まれに 13 μm に至る菌糸，光を強く屈折する顆粒体，わずかの粘液板，これらからなる偽組織片，わずかに褐色の偽組織片及びシュウ酸カルシウムの単晶を認める．単晶の径は 10 ～ 40 μm，まれに 100 μm に達する．

確認試験　本品 0.5 g にアセトン 5 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後，ろ過し，ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸 5 滴に溶かし，硫酸 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈し，直ちに暗緑色に変わる．

灰　分〈*5.01*〉　16.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

貯　法　容　器　気密容器．

チンピ

Citrus Unshiu Peel

AURANTII NOBILIS PERICARPIUM

陳皮

本品はウンシュウミカン *Citrus unshiu* Markovich 又は *Citrus reticulata* Blanco（*Rutaceae*）の成熟した果皮である．

生薬の性状　本品は形が不ぞろいの果皮片で，厚さ約 2 mm である．外面は黄赤色～暗黄褐色で，油室による多数の小さなくぼみがある．内面は白色～淡灰黄褐色である．質は軽くてもろい．

本品は特異な芳香があり，味は苦くて，わずかに刺激性である．

確認試験　本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 5 mL にリボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加えて放置するとき，液は赤紫色を呈する．

純度試験　総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉　各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈*5.01*〉　13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　30.0 % 以上．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.2 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

テンマ

Gastrodia Tuber

GASTRODIAE TUBER

天麻

本品はオニノヤガラ *Gastrodia elata* Blume（*Orchidaceae*）の塊茎を蒸したものである．

生薬の性状　本品は不整にやや湾曲した偏円柱形 ～ 偏紡錘形を呈し，長さ 5 ～ 15 cm，幅 2 ～ 5 cm，厚さ 1 ～ 2 cm である．外面は淡黄褐色～淡黄白色を呈し，輪節及び不規則な縦じわがある．質は堅い．折面は暗褐色～黄褐色でつやがあり，角質ようで膠状を呈する．

本品は特異なにおいがあり，味はほとんどない．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの束針晶を認め，でんぷん粒を認めない．

確認試験　本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液の溶媒を留去し，残留物をメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 1 分間加熱するとき，R_f 値 0.4 付近に赤紫色のスポットを認める．

乾燥減量〈*5.01*〉　16.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス 16.0 % 以上．

テンモンドウ

Asparagus Tuber

ASPARAGI TUBER

天門冬

本品はクサスギカズラ *Asparagus cochinchinensis* Merrill（*Liliaceae*）のコルク化した外層の大部分を除いた根を，通例，蒸したものである．

生薬の性状　本品は紡錘形～円柱形を呈し，長さ 5 ～ 15 cm，径 5 ～ 20 mm，外面は淡黄褐色～淡褐色を呈し，半透明で，しばしば縦じわがある．質は柔軟性であるか，又は堅い．折面は灰黄色でつやがあり，やや角質ようである．

本品は特異なにおいがあり，味は初め甘く，後わずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，皮層の外辺には石細胞及びその群が散在し，皮層及び中心柱の柔細胞中にはシ

ュウ酸カルシウムの束針晶を含む粘液細胞を認める．でんぷん粒を認めない．

確認試験 本品の粗切 1 g に 1-ブタノール/水混液（40：7）5 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（10：6：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 2 分間加熱するとき，R_f 値 0.4 付近に最初赤褐色，後に褐色を呈するスポットを認める．

乾燥減量〈5.01〉 18.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 3.0 % 以下．

トウガシ

Benincasa Seed

BENINCASAE SEMEN

冬瓜子

本品はトウガン *Benincasa cerifera* Savi（1）又は *Benincasa cerifera* Savi forma *emarginata* K. Kimura et Sugiyama（2）（*Cucurbitaceae*）の種子である．

生薬の性状 本品（1）は偏平な卵形～卵円形を呈し，長さ 10 ～ 13 mm，幅 6 ～ 7 mm，厚さ約 2 mm，一端はややとがり，へそ及び発芽口の部分が 2 個の小突起となっている．表面は淡灰黄色～淡黄褐色を呈し，周辺にそって隆起帯がある．表面をルーペ視するとき，細かいしわ及びへこみを認める．

本品（2）は偏平な卵形～だ円形を呈し，長さ 9 ～ 12 mm，幅 5 ～ 6 mm，厚さ約 2 mm，へその付近は（1）と同様であるが，表面は淡灰黄色を呈し，平滑で，周辺には隆起帯がない．

本品（1）及び（2）はにおいがなく，味は緩和でわずかに油ようである．

本品の中央部横切片を鏡検〈5.01〉するとき，（1）の種皮の最外層は 1 細胞層の柵状の表皮からなり，隆起帯に相当する部位で明瞭である．（2）の種皮の最外層は薄いクチクラで被われた 1 細胞層の表皮で，しばしば脱落している．本品（1）及び（2）の表皮に内接する下皮はやや厚壁化した柔組織からなり，その内側は数細胞層の石細胞からなる．種皮の最内層は数細胞層の柔組織である．周乳はクチクラで被われ，数細胞層の柔組織からなる．内乳は横に長い細胞が一列に配列する．子葉は油滴，アリューロン粒を含み，でんぷん粒を認めることがある．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール/水混液（4：1）10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（8：6：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に青白色の蛍光を発する 2 個のスポットを認め，そのうち R_f 値の小さいスポットの蛍光がより強い．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は異物 2.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 11.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 3.0 % 以上．

トウガラシ

Capsicum

CAPSICI FRUCTUS

蕃椒

本品はトウガラシ *Capsicum annuum* Linné（*Solanaceae*）の果実である．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，総カプサイシン（カプサイシン及びジヒドロカプサイシン）0.10 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は長円すい形～紡錘形を呈し，しばしば曲がり，長さ 3 ～ 10 cm，幅約 0.8 cm で，外面は暗赤色～暗黄赤色でつやがあり，果皮の内部はうつろで，通例，2 室で多数の種子がある．種子はほぼ円形で偏平，淡黄赤色を呈し，径約 0.5 cm である．

本品は，通例，がく及び果柄を付けている．

本品は弱い特異なにおいがあり，味はやくように辛い．

確認試験 本品の粉末 2.0 g にエタノール（95）5 mL を加え水浴上で 5 分間加温し，冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用カプサイシン 1 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール混液（19：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は異物 1.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 8.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.2 % 以下．

成分含量測定法 本品の中末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール 30 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール 10 mL ずつを 2 回加え，それぞれ 5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用カプサイシンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），40 ℃）で 5 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により

試験を行う．試料溶液のカプサイシン及びジヒドロカプサイシン（カプサイシンに対する相対保持時間約 1.3）のピーク面積 A_{TC} 及び A_{TD} 並びに標準溶液のカプサイシンのピーク面積 A_S を測定する．

総カプサイシンの量（mg）
$= W_S \times \{(A_{TC} + A_{TD}) / A_S\} \times 0.08$

W_S：成分含量測定用カプサイシンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：281 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：2）
流量：カプサイシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：成分含量測定用カプサイシン 1 mg 及びノニル酸ワニリルアミド 1 mg をメタノールに溶かして 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ノニル酸ワニリルアミド，カプサイシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カプサイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

トウガラシ末

Powdered Capsicum

CAPSICI FRUCTUS PULVERATUS

蕃椒末

本品は「トウガラシ」を粉末としたものである．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，総カプサイシン（カプサイシン及びジヒドロカプサイシン）0.10 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は黄赤色を呈し，弱い特異なにおいがあり，味はやくように辛い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，油滴及び黄赤色の有色体を含む柔組織の破片，厚いクチクラを伴う果皮外面の表皮の破片，側膜が波状に湾曲する果皮内面の石細胞の破片，細い道管の破片，厚膜化した種皮の破片，脂肪油及びアリューロン粒を含む内乳の小形細胞からなる柔組織の破片を認める．

確認試験 本品 2.0 g にエタノール（95）5 mL を加え水浴上で 5 分間加温し，冷後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用カプサイシン 1 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール混液（19：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 8.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.2 % 以下．

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，メタノール 30 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はメタノール 10 mL ずつを 2 回加え，それぞれ 5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．全抽出液を合わせ，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用カプサイシンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），40 ℃）で 5 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のカプサイシン及びジヒドロカプサイシン（カプサイシンに対する相対保持時間約 1.3）のピーク面積 A_{TC} 及び A_{TD} 並びに標準溶液のカプサイシンのピーク面積 A_S を測定する．

総カプサイシンの量（mg）
$= W_S \times \{(A_{TC} + A_{TD}) / A_S\} \times 0.08$

W_S：成分含量測定用カプサイシンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：281 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：2）
流量：カプサイシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：成分含量測定用カプサイシン 1 mg 及びノニル酸ワニリルアミド 1 mg をメタノールに溶かして 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ノニル酸ワニリルアミド，カプサイシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カプサイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

トウガラシチンキ
Capsicum Tincture

本品は，総カプサイシン（カプサイシン及びジヒドロカプサイシン）0.010 w/v% 以上を含む．

製　法

トウガラシ，中切	100　g
エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．

性　状　本品は黄赤色の液で，味はやくように辛い．

比重　d_{20}^{20}：約 0.82

確認試験　本品を試料溶液とし，「トウガラシ」の確認試験を準用する．ただし，スポット量は 20 μL とする．

アルコール数〈*1.01*〉　9.7 以上（第 2 法）．

成分含量測定法　本品 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用カプサイシンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），40 ℃）で 5 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のカプサイシン及びジヒドロカプサイシン（カプサイシンに対する相対保持時間約 1.3）のピーク面積 A_{TC} 及び A_{TD} 並びに標準溶液のカプサイシンのピーク面積 A_S を測定する．

総カプサイシンの量（mg）

$= W_S \times \{(A_{TC} + A_{TD}) / A_S\} \times 0.032$

W_S：成分含量測定用カプサイシンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：281 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：2）

流量：カプサイシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用カプサイシン 1 mg 及びノニル酸ワニリルアミド 1 mg をメタノールに溶かして 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ノニル酸ワニリルアミド，カプサイシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カプサイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トウガラシ・サリチル酸精
Capsicum and Salicylic Acid Spirit

製　法

トウガラシチンキ	40 mL
サリチル酸	50　g
液状フェノール	20 mL
ヒマシ油	100 mL
芳香剤	適 量
エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性　状　本品は淡褐黄色の液である．

比重　d_{20}^{20}：約 0.84

確認試験

（1）　本品 10 mL に炭酸水素ナトリウム試液 15 mL 及びジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取する．この液 1 mL をとり，pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．

（2）　本品 0.5 mL に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL で抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗った後，希水酸化ナトリウム試液 20 mL で抽出する．抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（3）　本品 0.2 mL に希塩酸 5 mL を加え，クロロホルム 5 mL で抽出し，抽出液を試料溶液とする．別にサリチル酸 0.01 g 及びフェノール 0.02 g をそれぞれクロロホルム 5 mL 及び 25 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉　8.1 以上（第 2 法）．ただし，試料溶液は次のように調製する．本品 5 mL を 15±2 ℃ で正確に量り，これを水 45 mL を正確に入れた共栓三角フラスコ中に強く振り混ぜながら加え静置後，下層をろ過する．初めの

ろ液 15 mL を除く．ろ液 25 mL を正確に量り，これに内標準溶液 10 mL を正確に加え，次に水を加えて正確に 100 mL とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

トウキ

Japanese Angelica Root

ANGELICAE RADIX

当帰

本品はトウキ *Angelica acutiloba* Kitagawa 又はホッカイトウキ *Angelica acutiloba* Kitagawa var. *sugiyamae* Hikino（*Umbelliferae*）の根を，通例，湯通ししたものである．

生薬の性状　本品は太くて短い主根から多数の根を分枝してほぼ紡錘形を呈し，長さ 10 ～ 25 cm，外面は暗褐色～赤褐色で，縦じわ及び横長に隆起した多数の細根の跡がある．根頭にわずかに葉しょうを残している．折面は暗褐色～黄褐色を呈し，平らである．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，後にやや辛い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は 4 ～ 10 層からなり，その内側に数層の厚角組織がある．皮部には分泌細胞に囲まれた多数の油道及びしばしば大きなすき間がある．皮部と木部の境界は明らかで，木部では多数の道管と放射組織とが交互に放射状に配列し，外方の道管は単独又は数個集まってやや密に配列してくさび状を呈し，中心部付近の道管は極めてまばらに存在する．でんぷん粒は単粒又はまれに 2 ～ 5 個の複粒で，単粒の径は 20 μm 以下，複粒は 25 μm に達する．でんぷん粒はしばしばのり化している．

純度試験

（1）　葉しょう　本品は葉しょう 3.0 % 以上を含まない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4）　異物〈*5.01*〉　本品は葉しょう以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　35.0 % 以上．

トウキ末

Powdered Japanese Angelica Root

ANGELICAE RADIX PULVERATA

当帰末

本品は「トウキ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡灰褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，後にやや辛い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒又はのり化したでんぷん塊及びこれらを含む柔組織の破片，淡黄褐色のコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，師部の組織の破片，分泌細胞に囲まれた樹脂道の破片，径 20 ～ 60 μm で単穿孔を持つ階紋及び網紋道管の破片を認める．でんぷん粒は単粒又はまれに 2 ～ 3 個の複粒で，単粒の径は 20 μm 以下である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3）　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，著しく木化した厚膜細胞を認めない．

灰　分〈*5.01*〉　7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　1.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　35.0 % 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トウニン

Peach Kernel

PERSICAE SEMEN

桃仁

本品はモモ *Prunus persica* Batsch 又は *Prunus persica* Batsch var. *davidiana* Maximowicz（*Rosaceae*）の種子である．

生薬の性状　本品は偏圧した左右不均等な卵円形を呈し，長さ 1.2 ～ 2 cm，幅 0.6 ～ 1.2 cm，厚さ 0.3 ～ 0.7 cm である．一端はややとがり，他の一端は丸みを帯びてここに合点がある．種皮は赤褐色～淡褐色で，外面にはすれて落ちやすい石細胞となった表皮細胞があって，粉をふいたようである．また，合点から多数の維管束が途中あまり分岐することなく種皮を縦走し，その部分はくぼんで縦じわとなっている．温水に入れて軟化するとき，種皮及び白色半透明の薄い胚乳は子葉からたやすくはがれ，子葉は白色である．

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに苦く，油ようである．

種皮の表面を鏡検〈*5.01*〉するとき，維管束による隆起部上の石細胞の形状は部位によりかなりの相違があり，多角形，長多角形又は鈍三角形で，その細胞膜はおおむね均等に厚く，側面視では方形，長方形又は鈍三角形を呈する．

確認試験　本品をすりつぶし，その 1.0 g をとりメタノール 10 mL を加え直ちに還流冷却器を付け，水浴上で 10 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（7：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に

噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た褐色～暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 変敗　本品に熱湯を注加してつき砕くとき，敗油性のにおいを発しない．

（2） 異物〈*5.01*〉　本品は内果皮の破片及びその他の異物を含まない．

トウニン末

Powdered Peach Kernel

PERSICAE SEMEN PULVERATUM

桃仁末

本品は「トウニン」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は帯赤淡褐色～淡褐色を呈し，ほとんどにおいがなく，味はわずかに苦く，油ようである．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，黄褐色の内容物を含む多角性のだ円形～卵形で長径 50 ～ 80 μm の細胞から成る種皮外面表皮片，黄褐色の帽子状～卵状の石細胞を認める．石細胞は表皮の変形したもので，径 50 ～ 80 μm，高さ 70 ～ 80 μm，頂部の細胞壁は厚さ 12 ～ 25 μm，底部は厚さ 4 μm で顕著な多数の膜孔が認められる．黄褐色の内容物を含む不整のやや長い多角形で径 15 ～ 30 μm の細胞から成る種皮内面表皮片，アリューロン粒及び脂肪油を含む子葉及び胚乳の組織片を認める．アリューロン粒はほぼ球形で径 5 ～ 10 μm である．

確認試験

（1）本品に水を注加してつき砕くとき，ベンズアルデヒドのにおいを発する．

（2） 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加え，直ちに還流冷却器を付け，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アミグダリン 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調整した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（7：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た褐色～暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　8.5 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　3.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5 % 以下．

貯　法　容　器　気密容器．

トウヒ

Bitter Orange Peel

AURANTII PERICARPIUM

橙皮

本品は *Citrus aurantium* Linné 又はダイダイ *Citrus aurantium* Linné var. *daidai* Makino（*Rutaceae*）の成熟した果皮である．

生薬の性状　本品は，通例，ほぼ球面を四分した形であるが，ひずんだもの又は平たくなったものがあり，長さ 4 ～ 8 cm，幅 2.5 ～ 4.5 cm，厚さ 0.5 ～ 0.8 cm である．外面は暗赤褐色～灰黄褐色で，油室による多数の小さいくぼみがある．内面は白色～淡灰黄赤色で，維管束の跡がくぼんで不規則な網目を現す．質は軽くてもろい．

本品は特異な芳香があり，味は苦く，やや粘液性で，わずかに刺激性である．

確認試験　本品の 1.0 g にエタノール（95）10 mL を加え，ときどき振り混ぜながら 30 分間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 10 mg をエタノール（95）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール(99.5)/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希 2,6–ジブロモ–*N*–クロロ–1,4–ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　5.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　0.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.2 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

トウヒシロップ

Orange Peel Syrup

橙皮シロップ

製　法

トウヒチンキ	200 mL
単シロップ	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，シロップ剤の製法により製する．ただし，「単シロップ」の代わりに「白糖」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は帯褐黄色～帯赤褐色の液で，特異な芳香があり，味は甘く，後に苦い．

比重　d_{20}^{20}：約 1.25

確認試験　本品 25 mL に酢酸エチル 50 mL を加え，5 分間

振り混ぜた後，放置し，澄明に分離した酢酸エチル層を分取する．水浴上で蒸発した後，残留物をエタノール（95）10 mL に溶かし，必要ならばろ過して試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 10 mg をエタノール（95）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希 2,6–ジブロモ–*N*–クロロ–1,4–ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た灰緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

貯　法　容　　器　気密容器．

トウヒチンキ

Orange Peel Tincture

橙皮チンキ

製　法

トウヒ，粗末	200 g
70 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は帯黄褐色の液で，特異な芳香があり，味は苦い．

比重　d_{20}^{20}：約 0.90

確認試験　本品 5.0 mL にエタノール（95）5 mL を加え，必要ならばろ過して試料溶液とし，「トウヒ」の確認試験を準用する．

アルコール数〈*1.01*〉　6.6 以上（第 2 法）．

貯　法　容　　器　気密容器．

トコン

Ipecac

IPECACUANHAE RADIX

吐根

本品は *Cephaelis ipecacuanha*（Broterol）A. Richard 又は *Cephaelis acuminata* Karsten（*Rubiaceae*）の根及び根茎である．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）2.0 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は屈曲した細長い円柱形を呈し，長さ 3 ～ 15 cm で，径 0.3 ～ 0.9 cm である．多くはねじれ，ときには分枝する．外面は灰色，暗灰褐色又は赤褐色で，不規則な輪節状を呈する．根は折るとき，皮部は木部からたやすく分離し，折面の皮部は灰褐色で，木部は淡褐色である．皮部の厚さは肥厚部では直径の約 2/3 に達する．根茎は円柱状を呈し，対生する葉跡が認められる．

本品は弱いにおいがあり，その粉末は鼻粘膜を刺激し，味はわずかに苦く，辛く，不快である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，コルク層は褐色の薄膜性のコルク細胞からなり，皮部は厚膜性の細胞を欠き，木部は道管及び仮道管が放射組織と交互に配列する．柔細胞はでんぷん粒を満たし，ところどころにシュウ酸カルシウムの束晶を含む．

確認試験　本品の粉末 0.5 g に塩酸 2.5 mL を加え，時々振り混ぜ 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液を蒸発皿にとり，サラシ粉の小粒を加えるとき，その周辺は赤色を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0 % 以下．

成分含量測定法　本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，0.01 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え，15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は 0.01 mol/L 塩酸試液 30 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用塩酸エメチンをデシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃）で 5 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のエメチン及びセファエリンのピーク面積 A_{TE} 及び A_{TC} 並びに標準溶液のエメチンのピーク面積 A_{SE} を測定する．

総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）の量（mg）

$= W_S \times \{[A_{TE} + (A_{TC} \times 0.971)] / A_{SE}\} \times 0.868$

W_S：成分含量測定用塩酸エメチンの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 10 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0 g を水 500 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 4.0 に調整した後，メタノール 500 mL を加える．

流量：エメチンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用塩酸エメチン及び臭化水素酸セファエリン 1 mg ずつを 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして 10 mL とする．この液につき，上記の条件で操作するとき，セファエリン，エメチンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，エメチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

トコン末

Powdered Ipecac

IPECACUANHAE RADIX PULVERATA

吐根末

本品は「トコン」を粉末としたもの又はこれに「バレイショデンプン」を加えたものである．

本品は換算した生薬の乾燥物に対し，総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）2.0 ～ 2.6 % を含む．

生薬の性状　本品は淡灰黄色～淡褐色を呈し，弱いにおいがあり，鼻粘膜を刺激し，味はわずかに苦く不快である．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの針晶，これらを含む柔細胞の破片，代用繊維の破片，薄壁性のコルク組織の破片，単壁孔又は有縁壁孔のある道管及び仮道管の破片を認め，少数の木部繊維及び木部柔細胞を認める．「トコン」のでんぷん粒は，多くは 2 ～ 8 個からなる複粒で，まれに径 4 ～ 22 μm の単粒を認める．シュウ酸カルシウムの針晶は長さ 25 ～ 60 μm である．

確認試験　本品 0.5 g に塩酸 2.5 mL を加え，時々振り混ぜ 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液を蒸発皿にとり，サラシ粉の小粒を加えるとき，その周辺は赤色を呈する．

純度試験　異物　本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，石細胞群及び厚膜繊維を認めない．

乾燥減量〈*5.01*〉　12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.0 % 以下．

成分含量測定法　本品約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，0.01 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え，15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は 0.01 mol/L 塩酸試液 30 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用塩酸エメチンをデシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃）で 5 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液のエメチン及びセファエリンのピーク面積 A_{TE} 及び A_{TC} 並びに標準溶液のエメチンのピーク面積 A_{SE} を測定する．

総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）の量（mg）
$= W_S \times \{A_{TE} + (A_{TC} \times 0.971)\} / A_{SE} \times 0.868$

W_S：成分含量測定用塩酸エメチンの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 10 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0 g を水 500 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 4.0 に調整した後，メタノール 500 mL を加える．

流量：エメチンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用塩酸エメチン及び臭化水素酸セファエリン 1 mg ずつを 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして 10 mL とする．この液につき，上記の条件で操作するとき，セファエリン，エメチンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，エメチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

トコンシロップ

Ipecac Syrup

吐根シロップ

本品は 100 mL 中に総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）0.12 ～ 0.15 g を含むシロップ剤である．

製　法　本品は「トコン」の粗末をとり，「エタノール」/「精製水」混液（3 : 1）を用い，流エキス剤の製法を準用して得た浸出液を，必要に応じて減圧で濃縮し，又は適量の「エタノール」及び「精製水」を加え，この液 100 mL 当たりの総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）の量が 1.7 ～ 2.1 g になるように調整し，本液 70 mL に「グリセリン」100 mL 及び適量の「単シロップ」を加え，シロップ剤の製法により，全量 1000 mL として製する．

性　状　本品は黄褐色の濃稠な液で，味は甘く，後に苦い．

確認試験　本品 2 mL を蒸発皿にとり，塩酸 1 mL を加えて混和した後，サラシ粉の小粒を加えるとき，その周辺はだいだい色を呈する．

純度試験　エタノール　本品 5 mL を正確に量り，これに内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に，エタノール（99.5）5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，これに内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対するエタノールのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　アセトニトリル溶液（1 → 20）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 1.5 m のガラス管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：105 ～ 115 ℃ の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が 5 ～ 10 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，

それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

成分含量測定法 本品 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用塩酸エメチンをデシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃）で 5 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液のエメチン及びセファエリンのピーク面積 A_{TE} 及び A_{TC} 並びに標準溶液のエメチンのピーク面積 A_{SE} を測定する．

総アルカロイド（エメチン及びセファエリン）の量（mg）
$= W_S \times \{\{A_{TE} + (A_{TC} \times 0.971)\} / A_{SE}\} \times (1/2) \times 0.868$

W_S：成分含量測定用塩酸エメチンの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 10 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0 g を水 500 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 4.0 に調整した後，メタノール 500 mL を加える．

流量：エメチンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用塩酸エメチン及び臭化水素酸セファエリン 1 mg ずつを 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして 10 mL とする．この液につき，上記の条件で操作するとき，セファエリン，エメチンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，エメチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

微生物限度〈4.05〉 試験を行うとき，本品 1 mL につき，細菌数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 100 以下である．また大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トチュウ

Eucommia Bark

EUCOMMIAE CORTEX

杜仲

本品はトチュウ *Eucommia ulmoides* Oliver（*Eucommiaceae*）の樹皮である．

生薬の性状 本品は厚さ 2 ～ 6 mm の粗皮を除いた半管状又は板状の皮片である．外面は淡灰褐色～灰褐色で粗雑であるが，ときにコルク層が剥離され赤褐色を呈することもある．内面は暗褐色～褐色を呈し，平滑で細かい縦線があり，折ると白絹ようのグッタペルカ（熱可塑性のゴムよう物質）の糸が出る．

本品はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，柔組織中にはグッタペルカを含む柔細胞があり，師部には石細胞層及び繊維層を認め，放射組織は 2 ～ 3 細胞列からなり，シュウ酸カルシウムの結晶を含まない．

確認試験 本品の粉末 1 g に水 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水浴上でジエチルエーテルを留去し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加えるとき，コロイド状物質を認める．

乾燥減量〈5.01〉 12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 8.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 5.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　7.0 % 以上．

トラガント

Tragacanth

TRAGACANTHA

本品は *Astragalus gummifer* Labillardiére 又はその他同属植物（*Leguminosae*）の幹から得た分泌物である．

生薬の性状 本品は白色～淡黄色半透明の角質ようの湾曲した平板又は薄片で，厚さ 0.5 ～ 3 mm で，折りやすく，水中で膨化する．

本品はにおいがなく，味はないが粘滑性である．

確認試験

（1） 本品の粉末 1 g に水 50 mL を加えるとき，ほとんど均等のやや混濁した粘性の液となる．

（2） 本品の粉末に希ヨウ素試液を加えて鏡検〈5.01〉するとき，青色を呈するでんぷん粒の少数を認める．

純度試験 カラヤゴム　本品 1 g に水 20 mL を加え，煮沸して粘稠性のある液とし，これに塩酸 5 mL を加え，更に 5 分間煮沸するとき，液は淡赤色～赤色を呈しない．

灰　分〈5.01〉 4.0 % 以下．

トラガント末

Powdered Tragacanth

TRAGACANTHA PULVERATA

本品は「トラガント」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は白色～帯黄白色を呈し，においはなく，味はないが粘滑性である．

本品をオリブ油又は流動パラフィンに浸して鏡検〈5.01〉するとき，多数の有角性の破片からなり，少量の円形又は不整形薄片，少量のでんぷん粒を認める．でんぷん粒は球形～だ円形の単粒，ときに 2 ～ 4 個の複粒で，単粒の径は 3 ～ 25 μm である．本品は水にあうと膨化して変形する．

確認試験

（1） 本品 1 g に水 50 mL を加えるとき，ほとんど均等のやや混濁した粘性の液となる．

（2） 本品に希ヨウ素試液を加えて鏡検〈5.01〉するとき，青色を呈するでんぷん粒の少数を認める．

純度試験 カラヤゴム 本品 1 g に水 20 mL を加え，煮沸して粘稠性のある液とし，これに塩酸 5 mL を加え，更に 5 分間煮沸するとき，液は淡赤色～赤色を呈しない．

灰 分〈5.01〉 4.0 % 以下．

貯 法 容 器 気密容器．

ニガキ

Picrasma Wood

PICRASMAE LIGNUM

苦木

本品はニガキ *Picrasma quassioides* Bennet（*Simaroubaceae*）の木部である．

生薬の性状 本品は淡黄色の切片，削片又は短い木片で，横切面には明らかな年輪及び放射状の細かい線がある．質は密である．

本品はにおいがなく，味は極めて苦く，残留性である．

本品の切片を鏡検〈5.01〉するとき，放射組織は横切面では幅 1～5 細胞列，縦断面では高さ 5～50 細胞層からなる．道管は春材では径約 150 μm に達するが，秋材ではその 1/5 に過ぎない．いずれも単独又は数個連接して木部柔組織中に存在する．木部繊維は著しく厚化している．放射組織及び木部柔細胞にはシュウ酸カルシウムの集晶又はでんぷん粒を含む．道管にはしばしば鮮黄色又は赤褐色の樹脂状物質を含む．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は異物 1.0 % 以上を含まない．

灰 分〈5.01〉 4.0 % 以下．

ニガキ末

Powdered Picrasma Wood

PICRASMAE LIGNUM PULVERATUM

苦木末

本品は「ニガキ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は灰白色～淡黄色を呈し，においはなく，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，大小の道管の破片，木部繊維の破片，木部柔細胞の破片，でんぷん粒を含む放射組織の破片を認め，組織はすべて木化している．シュウ酸カルシウムの結晶をわずかに認める．でんぷん粒は径 5 ～ 15 μm である．

灰 分〈5.01〉 4.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

ニンジン

Ginseng

GINSENG RADIX

人参

本品はオタネニンジン *Panax ginseng* C. A. Meyer（*Panax schinseng* Nees）（*Araliaceae*）の細根を除いた根又はこれを軽く湯通ししたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ギンセノシド Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$：801.01）0.10 % 以上及びギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29）0.20 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は細長い円柱形～紡錘形を呈し，しばしばなかほどから 2 ～ 5 本の側根を分枝し，長さ 5 ～ 20 cm，主根は径 0.5 ～ 3 cm，外面は淡黄褐色～淡灰褐色を呈し，縦じわ及び細根の跡がある．根頭部はややくびれて短い根茎を付けることがある．折面はほぼ平らで，淡黄褐色を呈し，形成層の付近は褐色である．

本品は特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後にやや苦い．

確認試験

（1） 本品の切面に希ヨウ素試液を滴加するとき，暗青色を呈する．

（2） 本品の粉末 2.0 g にメタノール 20 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rg_1 標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水混液（13：7：2）の下層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 異物〈5.01〉 本品は茎及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品の粉末 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（15 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈5.01〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 4.2 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 14.0 % 以上．

定 量 法

（1） ギンセノシド Rg_1 本品の粉末約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（3 → 5）30 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール（3 → 5）15 mL を加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール（3

→ 5）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確にとり，希水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて 30 分間放置した後，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にギンセノシド Rg_1 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシド Rg_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rg_1 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：203 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（4：1）
流量：ギンセノシド Rg_1 の保持時間が約 25 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：ギンセノシド Rg_1 標準品及びギンセノシド Re 1 mg ずつを薄めたメタノール（3 → 5）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rg_1，ギンセノシド Re の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rg_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） ギンセノシド Rb_1 （1）の試料溶液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rb_1 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシド Rb_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rb_1 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：203 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）
流量：ギンセノシド Rb_1 の保持時間が約 20 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：ギンセノシド Rb_1 標準品及びギンセノシド Rc 1 mg ずつを薄めたメタノール（3 → 5）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rb_1，ギンセノシド Rc の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rb_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

ニンジン末

Powdered Ginseng

GINSENG RADIX PULVERATA

人参末

本品は「ニンジン」を粉末としたものである．

本品は定量するとき，換算した生薬の乾燥物に対し，ギンセノシド Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$：801.01）0.10 % 以上及びギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$：1109.29）0.20 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は淡黄白色～淡黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味は初めわずかに甘く，後やや苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒，ときにのり化したでんぷんを含むほぼ円形～長方形の柔細胞からなる組織片，径約 45 μm の網紋道管，径 15 ～ 40 μm の階紋道管及びらせん紋道管，黄色の光輝ある塊状の内容物を含む分泌細胞及び径 20 ～ 50 μm のシュウ酸カルシウムの集晶を認める．その他，厚壁細胞，薄壁のコルク細胞及び径 1 ～ 5 μm，まれに 10 μm のシュウ酸カルシウムの単晶を認める．でんぷん粒は単粒及び 2 ～ 4 個からなる複粒で，単粒の径は 3 ～ 15 μm である．

確認試験 本品 2.0 g にメタノール 20 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 15 分間穏やかに煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rg_1 標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層版にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水混液（13：7：2）の下層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（15 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（3） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈5.01〉 13.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉 4.2 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 0.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス　14.0 % 以上．

定 量 法

（1） ギンセノシド Rg_1　本品約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（3 → 5）30 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は更に薄めたメタノール（3 → 5）15 mL を加え，同様に操作する．全上澄液を合わせ，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確にとり，希水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて 30 分間放置した後，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にギンセノシド Rg_1 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシド Rg_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rg_1 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：203 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（4：1）
流量：ギンセノシド Rg_1 の保持時間が約 25 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：ギンセノシド Rg_1 標準品及びギンセノシド Re 1 mg ずつを薄めたメタノール（3 → 5）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rg_1，ギンセノシド Re の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rg_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） ギンセノシド Rb_1　（1）の試料溶液を試料溶液とする．別にギンセノシド Rb_1 標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギンセノシド Rb_1 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ギンセノシド Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したギンセノシド Rb_1 標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：203 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）
流量：ギンセノシド Rb_1 の保持時間が約 20 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：ギンセノシド Rb_1 標準品及びギンセノシド Rc 1 mg ずつを薄めたメタノール（3 → 5）に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ギンセノシド Rb_1，ギンセノシド Rc の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ギンセノシド Rb_1 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法 容 器　気密容器．

ニンドウ

Lonicera Leaf and Stem

LONICERAE FOLIUM CUM CAULIS

忍冬

本品はスイカズラ *Lonicera japonica* Thunberg（*Caprifoliaceae*）の葉及び茎である．

生薬の性状　本品は葉及び短い茎に対生する葉からなる．葉は短い葉柄を付け，だ円形で全縁，長さ 3 ～ 7 cm，幅 1 ～ 3 cm，上面は緑褐色，下面は淡灰緑色を呈し，ルーペ視するとき，両面に軟毛をまばらに認める．茎は径 1 ～ 4 mm，外面は灰黄褐色～帯紫褐色で，横断面は円形，中空である．

本品はほとんどにおいがなく，味は収れん性で，後わずかに苦い．

本品の葉の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は上下面とも 1 層の表皮からなり，表皮には単細胞性の非腺毛と多細胞性の腺毛が認められる．主脈部では，表皮の内側数層は厚角組織からなり，中央部には維管束がある．葉肉部では上面表皮に接して柵状組織があり，下面表皮に接して海綿状組織がある．腺毛には褐色の分泌物が含まれ，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの集晶を含み，でんぷん粒が認められることがある．

確認試験　本品の粉末 1 g にメタノール 5 mL を加え，5

分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液（1）とする．また，薄層クロマトグラフィー用ロガニン 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/ギ酸混液（6：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液（1）から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい．また，薄層板に 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液（2）から得た赤紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験　茎　本品は径 5 mm 以上の茎を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　12.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　9.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　12.0 % 以上．

バイモ

Fritillaria Bulb

FRITILLARIAE BULBUS

貝母

本品はアミガサユリ *Fritillaria verticillata* Willdenow var. *thunbergii* Baker（*Liliaceae*）のりん茎である．

生薬の性状　本品は偏球形を呈し，肥厚した 2 個のりん片葉からなり，径 2 ～ 3 cm，高さ 1 ～ 2 cm，しばしば分離したものがある．外面及び内面は白色～淡黄褐色，内面の基部はやや暗色を呈する．石灰を散布して乾燥したものは白粉を付けている．折面は白色を呈し，粉性である．

本品は特異な弱いにおいがあり，味は苦い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は 1 層の表皮からなりその内側は柔組織で満たされ，多数の維管束が散在する．柔組織中にはでんぷん粒を含む．でんぷん粒は主に単粒で，径 5 ～ 50 μm，層紋が明瞭で，長卵形～卵形又は三角状卵形，まれに 2 ～ 3 個からなる複粒もある．また，表皮細胞及び道管付近の柔細胞にはシュウ酸カルシウムの単晶を含む．

確認試験　本品の粉末 2 g を共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 10 mL 及び酢酸エチル/ジエチルエーテル混液（1：1）20 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上層を分取し，無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，溶媒を留去し，残留物をエタノール（99.5）1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（17：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，R_f 値 0.4 付近及び 0.6 付近に黄赤色のスポットを認める．

乾燥減量〈5.01〉　16.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　6.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス 8.0 % 以上．

バクモンドウ

Ophiopogon Tuber

OPHIOPOGONIS TUBER

麦門冬

本品はジャノヒゲ *Ophiopogon japonicus* Ker-Gawler（*Liliaceae*）の根の膨大部である．

生薬の性状　本品は紡錘形を呈し，長さ 1 ～ 2.5 cm，径 0.3 ～ 0.5 cm，一端はややとがり，他端はやや丸みを帯びる．外面は淡黄色～淡黄褐色で，大小の縦じわがある．折るとき皮層は柔軟であるがもろく，中心柱は強じんである．皮層の折面は淡黄褐色を呈し，やや半透明で粘着性がある．

本品はわずかににおいがあり，味はわずかに甘く，粘着性である．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，表皮に内接して 4 ～ 5 層の褐色の細胞からなる根被が認められ，その内側に 1 層の外皮，さらにその内側には柔細胞からなる皮層がある．内皮は明瞭で，放射中心柱には約 20 個の原生木部がある．皮層柔組織中にはシュウ酸カルシウムの柱状晶及び束針晶が含まれ，外皮には油滴が認められる．

純度試験

（1）　細根部　本品は細根部 1.0 % 以上を含まない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈5.01〉　3.0 % 以下．

ハチミツ

Honey

MEL

蜂蜜

本品はヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné 又はトウヨウミツバチ *Apis indica* Radoszkowski（*Apidae*）がその巣に集めた甘味物を採集したものである．

生薬の性状　本品は淡黄色～淡黄褐色のシロップようの液で，通例，透明であるが，しばしば結晶を生じて不透明となる．

本品は特異なにおいがあり，味は甘い．

比　重〈2.56〉　本品 50.0 g を水 100 mL に混和した液は比重 d_{20}^{20}：1.111 以上を示す．

純度試験

（1） 酸　本品 10 g を水 50 mL に混和し，1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は 0.5 mL 以下である（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

（2） 硫酸塩　本品 1.0 g を水 2.0 mL に混和し，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液 2 滴を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（3） アンモニア呈色物　本品 1.0 g を水 2.0 mL に混和し，ろ過し，ろ液にアンモニア試液 2 mL を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（4） レソルシノール呈色物　本品 5 g にジエチルエーテル 15 mL を加えてよく混和し，ろ過して得たジエチルエーテル液を常温で蒸発し，残留物にレソルシノール試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，残留物及び液は黄赤色を呈することがあっても 1 時間以上持続する赤色～赤紫色を呈しない．

（5） でんぷん及びデキストリン

（i） 本品 7.5 g に水 15 mL を加えて振り混ぜ，水浴上で加温し，これにタンニン酸試液 0.5 mL を加え，冷後，ろ過した液 1.0 mL に塩酸 2 滴を含むエタノール（99.5） 1.0 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（ii） 本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して混和し，冷後，この液 1.0 mL にヨウ素試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色，緑色又は赤褐色を呈しない．

（6） 異物　本品 1.0 g を水 2.0 mL に混和した後，遠心分離し，得られる沈殿を鏡検〈5.01〉するとき，花粉以外の異物を認めない．

灰　分〈5.01〉　0.4 % 以下．

貯　法　容　器　気密容器．

ハッカ

Mentha Herb

MENTHAE HERBA

薄荷

本品はハッカ *Mentha arvensis* Linné var. *piperascens* Malinvaud（*Labiatae*）の地上部である．

生薬の性状　本品は茎及びそれに対生する葉からなり，茎は方柱形で淡褐色～赤紫色を呈し，細毛がある．水に浸してしわを延ばすと，葉は卵円形～長だ円形で，両端はとがり，長さ 2 ～ 8 cm，幅 1 ～ 2.5 cm，辺縁に不ぞろいのきょ歯があり，上面は淡褐黄色～淡緑黄色，下面は淡緑色～淡緑黄色を呈する．葉柄は長さ 0.3 ～ 1 cm である．ルーペ視するとき，毛，腺毛及び腺りんを認める．

本品は特異な芳香があり，口に含むと清涼感がある．

確認試験　精油含量で得た精油とキシレンとの混液 1 mL をとり，硫酸 2 mL を穏やかに加えるとき，境界面は濃赤色～赤褐色を呈する．

純度試験　異物〈5.01〉　本品は根及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉　15.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　11.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.5 % 以下．

精油含量〈5.01〉　本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.4 mL 以上である．ただし，あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え，試験を行う．

ハッカ水

Mentha Water

製　法

ハッカ油	2 mL
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，芳香水剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液で，ハッカ油のにおいがある．

貯　法　容　器　気密容器．

ハッカ油

Mentha Oil

OLEUM MENTHAE JAPONICAE

薄荷油

本品はハッカ *Mentha arvensis* Linné var. *piperascens* Malinvaud（*Labiatae*）の地上部を水蒸気蒸留して得た油を冷却し，固形分を除去した精油である．

本品は定量するとき，メントール（$C_{10}H_{20}O$：156.27）30.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる．

本品はエタノール（95），エタノール（99.5），温エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

屈 折 率〈2.45〉　n_D^{20}：1.455 ～ 1.467

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：－17.0 ～ －36.0 °（100 mm）．

比　重〈1.13〉　d_{25}^{25}：0.885 ～ 0.910

酸　価〈1.13〉　1.0 以下．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 mL に薄めたエタノール（7 → 10） 3.5 mL を加えて振り混ぜるとき，澄明に溶ける．更にエタノール（95）10 mL を追加するとき，液は澄明か，又は濁ることがあってもその混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，5 分間放置する．

（2） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 5 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて試料溶液とする．別に定量用 *l*–メントール約 10 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かして正確に 100 mL とする，この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガ

スクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するメントールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メントール（$C_{10}H_{20}O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用 *l*–メントールの秤取量（mg）

内標準溶液　*n*–カプリル酸エチルのエタノール（95）溶液（1 → 25）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000 を酸処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 25 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：150 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*l*–メントールの順に流出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ハマボウフウ

Glehnia Root

GLEHNIAE RADIX CUM RHIZOMA

浜防風

本品はハマボウフウ *Glehnia littoralis* Fr Schmidt ex Miquel（*Umbelliferae*）の根及び根茎である．

生薬の性状　本品は円柱形～細長い円すい形を呈し，長さ 10 ～ 20 cm，径 0.5 ～ 1.5 cm，外面は淡黄褐色～赤褐色である．根茎は通例短く，細かい輪節があり，根には縦じわと多数の暗赤褐色のいぼ状の小突起又は横長の隆起がある．本品の質はもろく極めて折りやすい．横切面は白色，粉性で，ルーペ視するとき油道が褐色の小点として散在する．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い．

灰　分〈5.01〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5 % 以下．

ハンゲ

Pinellia Tuber

PINELLIAE TUBER

半夏

本品はカラスビシャク *Pinellia ternata* Breitenbach（*Araceae*）のコルク層を除いた塊茎である．

生薬の性状　本品はやや偏圧された球形～不整形を呈し，径 0.7 ～ 2.5 cm，高さ 0.7 ～ 1.5 cm である．外面は白色～灰白黄色で，上部には茎の跡がくぼみとなり，その周辺には根の跡がくぼんだ細点となっている．質は充実する．切面は白色，粉性である．

本品はほとんどにおいがなく，味は初めなく，やや粘液性で，後に強いえぐ味を残す．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，主としてでんぷん粒を充満した柔組織からなり，わずかにシュウ酸カルシウムの束晶を含む粘液細胞が認められる．でんぷん粒は主として 2 ～ 3 個の複粒で，通例，径 10 ～ 15 μm，単粒は，通例，径 3 ～ 7 μm である．シュウ酸カルシウムの束晶は長さ 25 ～ 150 μm である．

純度試験

（1）　*Arisaema* 属植物及びその他の根茎　本品を鏡検〈5.01〉するとき，皮部の外層に粘液道を認めない．

（2）　重金属〈1.07〉　本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈5.01〉　14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　3.5 % 以下．

ビャクシ

Angelica Dahurica Root

ANGELICAE DAHURICAE RADIX

白芷

本品はヨロイグサ*Angelica dahurica* Bentham et Hooker（*Umbelliferae*）の根である．

生薬の性状　本品は主根から多数の長い根を分枝してほぼ紡錘形又は円すい形を呈し，長さ 10 ～ 25 cm である．外面は灰褐色～暗褐色で，縦じわ及び横長に隆起した多数の細根の跡がある．根頭にわずかに葉しょうを残し，密に隆起した輪節がある．横切面の周辺は灰白色で，中央部は暗褐色を呈するものがある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験　本品の粉末 0.2 g にエタノール（95）5 mL を加え，振り混ぜながら 5 分間放置した後，ろ過する．ろ液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は青色～青紫色の蛍光を発する．

純度試験

（1）　葉しょう　本品は葉しょう 3.0 % 以上を含まない．

（2）　異物〈5.01〉　本品は葉しょう以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈5.01〉　7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　2.0 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　25.0 % 以上．

ビャクジュツ
Atractylodes Rhizome
ATRACTYLODIS RHIZOMA
白朮

本品はオケラ *Atractylodes japonica* Koidzumi ex Kitamura の根茎（ワビャクジュツ）又はオオバナオケラ *Atractylodes ovata* De Candolle（*Compositae*）の根茎（カラビャクジュツ）である．

生薬の性状

（1） ワビャクジュツ　本品の周皮を除いたものは不整塊状又は不規則に屈曲した円柱状を呈し．長さ 3 ～ 8 cm，径 2 ～ 3 cm である．外面は淡灰黄色～淡黄白色で，ところどころ灰褐色である．周皮を付けているものは外面は灰褐色で，しばしば結節状に隆起し，あらいしわがある．折りにくく，折面は繊維性である．本品の横切面には淡黄褐色～褐色の分泌物による細点がある．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮には石細胞層を伴い，皮部の柔組織中にはしばしば師部の外側に接して繊維束があり，放射組織の末端部には淡褐色～褐色の内容物を含む油室がある．木部には大きい髄を囲んで放射状に配列した道管とそれを囲む著しい繊維束がある．髄及び放射組織中には皮部と同様な油室があり，柔組織中にはイヌリンの結晶及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．

（2） カラビャクジュツ　本品は不整に肥大した塊状を呈し，長さ 4 ～ 8 cm，径 2 ～ 5 cm で外面は灰黄色～ 暗褐色を呈し，ところどころにこぶ状の小突起がある．折りにくく，破砕面は淡褐色～暗褐色で，木部の繊維性が著しい．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに甘く，後にわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，周皮は石細胞層を伴い，通例，皮部には繊維を欠き，師部放射組織及びその末端部には黄褐色の内容物を含む油室がある．木部には大きい髄を囲んで放射状に配列した道管とそれを囲む著しい繊維束がある．髄及び放射組織中には皮部と同様な油室があり，柔組織中にはイヌリンの結晶及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．

確認試験　本品の粉末 0.5 g にエタノール（95）5 mL を加え，水浴中で 2 分間温浸してろ過し，ろ液 2 mL にバニリン・塩酸試液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜるとき，液は赤色～赤紫色を呈し，その色は持続性である．

純度試験　ソウジュツ　本品の粉末 2.0 g をとり，ヘキサン 5 mL を正確に加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする，次にヘキサン/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，R_f 値 0.3 ～ 0.6 に緑色～灰緑色のスポットを認めない．

灰　分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.5 mL 以上である．

ビャクジュツ末
Powdered Atractylodes Rhizome
ATRACTYLODIS RHIZOMA PULVERATUM
白朮末

本品は「ビャクジュツ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は淡褐色～ 黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに苦いか，初めわずかに甘く，後わずかに苦い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，主として柔細胞，イヌリンの結晶，シュウ酸カルシウムの小針晶を含む柔細胞の破片を認め，更に淡黄色の厚膜繊維の破片，石細胞の破片，コルク組織の破片，少数の網紋及び階紋道管の破片，黄褐色の分泌物の小塊又は油滴を認め，でんぷん粒は認めない．

確認試験　本品 0.5 g にエタノール（95）5 mL を加え，水浴中で 2 分間温浸してろ過し，ろ液 2 mL にバニリン・塩酸試液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜるとき，液は赤色～赤紫色を呈し，その色は持続性である．

純度試験　ソウジュツ　本品 2.0 g をとり，ヘキサン 5 mL を正確に加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，R_f 値 0.3 ～ 0.6 に緑色～灰緑色のスポットを認めない．

灰　分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 1.0 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉 本品 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.4 mL 以上である．

貯　法　容　器　気密容器．

ビワヨウ
Loquat Leaf
ERIOBOTRYAE FOLIUM
枇杷葉

本品はビワ *Eriobotrya japonica* Lindley（*Rosaceae*）の葉である．

生薬の性状　本品は長だ円形～広ひ針形で，長さ 12 ～ 30 cm，幅 4 ～ 9 cm，先端はとがり，基部はくさび形で，短い葉柄を付け，辺縁にはあらいきょ歯がある．ときに，短径 5 ～ 10 mm，長径数 cm の短冊状に切裁されている．上面は緑色～緑褐色を呈し，下面は淡緑褐色で，淡褐色の綿毛を残存する．葉脈部は淡黄褐色を呈し，下面に突出している．

本品はわずかににおいがあり，味はほとんどない．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，上面及び下面のク

チクラは厚く，さく状組織はおおむね 4 ～ 5 層で，ところどころに葉緑粒を欠く大型の細胞を認める．主脈部では並立維管束は木部側の基本組織の湾入によって一部切断されたほぼ環状を呈し，師部に接する繊維群を認める．葉肉中にはシュウ酸カルシウムの単晶及び集晶を認める．綿毛は単細胞性で湾曲し，太さ約 25 μm，長さ 1.5 mm に達する．

確認試験　本品の粉末 0.3 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/アセトニトリル混液（3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，R_f 値 0.5 付近に赤紫色の主スポットを認める．

純度試験　総 BHC の量及び総 DDT の量〈*5.01*〉　各々 0.2 ppm 以下．

乾燥減量〈*5.01*〉　15.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス　16.0 % 以上．

ビンロウジ

Areca

ARECAE SEMEN

檳榔子

本品はビンロウ *Areca catechu* Linné（*Palmae*）の種子である．

生薬の性状　本品は鈍円すい形～偏平なほぼ球形を呈し，高さ 1.5 ～ 3.5 cm，径 1.5 ～ 3 cm で，底面の中央にはへそがあり，通例，くぼんでいる．外面の色は灰赤褐色～灰黄褐色を呈し，色のうすい網目模様があり，質は堅い．切面は質が密で，灰褐色の種皮が白色の胚乳中に入り込んで大理石ようの模様を呈し，種子の中央はしばしばうつろである．

本品は弱いにおいがあり，味は渋くてわずかに苦い．

確認試験　本品の粉末 3 g を共栓遠心沈殿管に入れ，ジエチルエーテル 30 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，密栓して 5 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水浴上でジエチルエーテルを留去後，残留物をメタノール 1.5 mL に溶かし，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン 5 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水/酢酸（100）混液（10：6：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1）　果皮　本品は果皮 2.0 % 以上を含まない．

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は果皮以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　2.5 % 以下．

ブクリョウ

Poria Sclerotium

PORIA

茯苓

本品はマツホド *Poria cocos* Wolf（*Polyporaceae*）の菌核で，通例，外層をほとんど除いたものである．

生薬の性状　本品は塊状を呈し，径約 10 ～ 30 cm，重さ 0.1 ～ 2 kg に達し，通例，その破片又は切片からなる．白色又はわずかに淡赤色を帯びた白色である．外層が残存するものは暗褐色～暗赤褐色で，きめがあらく，裂け目がある．質は堅いが砕きやすい．

本品はほとんどにおいがなく，味はないがやや粘液ようである．

確認試験

（1）　本品の粉末 1 g にアセトン 5 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸 0.5 mL に溶かし，硫酸 1 滴を加えるとき，淡赤色を呈し，直ちに暗緑色に変わる．

（2）　本品の断面又は粉末にヨウ素試液 1 滴を加えるとき，濃赤褐色を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

灰　分〈*5.01*〉　1.0 % 以下．

ブクリョウ末

Powdered Poria Sclerotium

PORIA PULVERATUM

茯苓末

本品は「ブクリョウ」を粉末としたものである．

生薬の性状　本品は白色～灰白色を呈し，ほとんどにおいはなく，味はないがやや粘液ようである．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，無色透明で光線を強く屈折する菌糸，顆粒体及び粘液板からなる偽組織の破片を認める．菌糸は細いものと太いものの 2 種があり，細いものは径 2 ～ 4 μm，太いものは通例 10 ～ 20 μm で，30 μm に達するものもある．

確認試験

（1）　本品 1 g にアセトン 5 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を無水酢酸 0.5 mL に溶かし，硫酸 1 滴を加えるとき，淡赤色を呈し，直ちに暗緑色に変わる．

（2）　本品にヨウ素試液 1 滴を加えるとき，濃赤褐色を呈

する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒を認めない．

灰 分〈5.01〉 1.0 % 以下．

ブシ

Processed Aconite Root

PROCESSI ACONITI RADIX

加工ブシ

本品はハナトリカブト *Aconitum carmichaeli* Debeaux 又はオクトリカブト *Aconitum japonicum* Thunberg（*Ranunculaceae*）の塊根を 1，2 又は 3 の加工法により製したものである．

1 高圧蒸気処理により加工する．

2 食塩，岩塩又は塩化カルシウムの水溶液に浸せきした後，加熱又は高圧蒸気処理により加工する．

3 食塩の水溶液に浸せきした後，石灰を塗布することにより加工する．

1，2 及び 3 の加工法により製したものを，それぞれブシ 1，ブシ 2 及びブシ 3 とする．

ブシ 1，ブシ 2 及びブシ 3 は換算した生薬の乾燥物に対し，それぞれ総アルカロイド〔ベンゾイルアコニン（$C_{32}H_{45}NO_{10}$：603.70）として〕0.7 ～ 1.5 %，0.1 ～ 0.6 % 及び 0.5 ～ 0.9 % を含む．

本品はその加工法を表示する．

生薬の性状

ブシ 1 本品は径 10 mm 以下の不整な多角形に破砕されている．外面は暗灰褐色～黒褐色を呈する．質は堅く，切面は平らで，淡褐色～暗褐色を呈し，通常角質で光沢がある．

本品は弱い特異なにおいがある．

本品の横切片及び縦切片を鏡検〈5.01〉するとき，道管は孔紋，階紋，網紋又はらせん紋道管である．柔細胞中のでんぷん粒は通例のり化しているが，ときにでんぷん粒が認められるものもある．でんぷん粒は円形若しくはだ円形の単粒で径 2 ～ 25 μm，又は 2 ～ 10 数個の複粒として認められる．でんぷん粒のへそは明らかである．

ブシ 2 本品はほぼ倒円錐形で，長さ 15 ～ 30 mm，径 12 ～ 16 mm，又は縦ときに横に切断され，長さ 20 ～ 60 mm，幅 15 ～ 40 mm，厚さ 200 ～ 700 μm，又は径 12 mm 以下の不整な多角形に破砕されている．外面は淡褐色～暗褐色又は黄褐色を呈する．質は堅く，通例，しわはなく，切面は平らで，淡褐色～暗褐色又は黄白色～淡黄褐色を呈し，通常角質，半透明で光沢がある．

本品は弱い特異なにおいがある．

本品の横切片及び縦切片を鏡検〈5.01〉するとき，外側から擬上皮，一次皮層，内皮，二次皮層，形成層，木部が認められる．一次皮層にはだ円形～だ円状四角形，短径 30 ～ 75 μm，長径 60 ～ 150 μm の厚壁細胞がある．内皮は接線方向に長い 1 層の細胞からなっている．形成層輪は星形又は不整の多角形～円形であり，木部の道管群は V 字形を呈する．二次皮層及び髄中に独立した形成層輪が認められるものもある．道管は孔紋，階紋，網紋又はらせん紋道管である．柔細胞中のでんぷん粒はのり化している．

ブシ 3 本品は径 5 mm 以下の不整な多角形に破砕されている．外面は灰褐色を呈する．質は堅く，切面は平らで，淡灰褐色～灰白色を呈し，光沢がない．

本品は弱い特異なにおいがある．

本品の横切片及び縦切片を鏡検〈5.01〉するとき，道管は孔紋，階紋，網紋又はらせん紋道管である．柔細胞中のでんぷん粒は円形若しくはだ円形の単粒で径 2 ～ 25 μm，又は 2 ～ 10 数個の複粒として認められる．でんぷん粒のへそは明らかである．

確認試験 本品の粉末 3 g を共栓遠心沈殿管に入れ，ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この上澄液を減圧で蒸発乾固し，残留物をジエチルエーテル 1 mL に溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（40：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験 ブシジエステルアルカロイド（アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン） 本品の粉末約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，水 3.0 mL を加えてよく振り混ぜた後，アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，40 ℃ 以下で溶媒を減圧留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）10 mL を正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ，H_{TA} 及び H_{SA}，H_{TJ} 及び H_{SJ}，H_{TH} 及び H_{SH}，H_{TM} 及び H_{SM} を測定する．次式により換算した生薬の乾燥物 1 g に対し，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき，それぞれ 60 μg 以下，60 μg 以下，280 μg 以下及び 140 μg 以下で，更にこれら 4 成分の総量は 450 μg 以下である．

アコニチン（$C_{34}H_{47}NO_{11}$）の量（μg）
$= (C_{SA} / W) \times (H_{TA} / H_{SA}) \times 10$

ジェサコニチン（$C_{35}H_{49}NO_{12}$）の量（μg）
$= (C_{SJ} / W) \times (H_{TJ} / H_{SJ}) \times 10$

ヒパコニチン（$C_{33}H_{45}NO_{10}$）の量（μg）
$= (C_{SH} / W) \times (H_{TH} / H_{SH}) \times 10$

メサコニチン（$C_{33}H_{45}NO_{11}$）の量（μg）
$= (C_{SM} / W) \times (H_{TM} / H_{SM}) \times 10$

C_{SA}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度（μg/mL）
C_{SJ}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度（μg/mL）
C_{SH}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度（μg/mL）
C_{SM}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度（μg/mL）
W：乾燥物に換算した本品の秤取量（g）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは 231 nm，ジェサコニチンは 254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（183：17）
流量：メサコニチンの保持時間が約 31 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL につき，検出器の測定波長を 254 nm とし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 1 mL をとり，ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 10 mL とする．この液 20 μL につき，検出器の測定波長を 231 nm とし，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*5.01*〉 15.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉
ブシ 1　4.0 % 以下．
ブシ 2　12.0 % 以下．
ブシ 3　19.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 0.9 % 以下．

定 量 法　本品の粉末約 2 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 1.6 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，アンモニア試液 0.8 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて，更にこの操作を 3 回行う．全抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物をエタノール（99.5）5 mL に溶かし，新たに煮沸し冷却した水 30 mL を加え，0.01 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の緑色が青緑色を経て，灰青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L 塩酸 1 mL = 6.037 mg 総アルカロイド〔ベンゾイルアコニン（$C_{32}H_{45}NO_{10}$）として〕

ブシ末

Powdered Processed Aconite Root

PROCESSI ACONITI RADIX PULVERATA

加工ブシ末

本品は（1）1 又は 2 の加工法により製した「ブシ」を粉末としたもの，又は（2）ハナトリカブト *Aconitum carmichaeli* Debeaux 又はオクトリカブト *Aconitum japonicum* Thunberg（*Ranunculaceae*）の塊根を 1 の加工法で製した後粉末としたもの，又は（2）に「トウモロコシデンプン」又は「乳糖水和物」を加えたものである．

1　高圧蒸気処理により加工する．
2　食塩，岩塩又は塩化カルシウムの水溶液に浸せきした後，加熱又は高圧蒸気処理により加工する．

1 及び 2 の加工法により製したものを，それぞれブシ末 1 及びブシ末 2 とする．

ブシ末 1 及びブシ末 2 は換算した生薬の乾燥物に対し，それぞれ総アルカロイド〔ベンゾイルアコニン（$C_{32}H_{45}NO_{10}$：603.70）として〕0.4 ～ 1.2 % 及び 0.1 ～ 0.3 % を含む．

本品はその加工法を表示する．

生薬の性状

ブシ末 1　本品は淡褐色を呈し，特異なにおいがある．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，のり化したでんぷん塊又はでんぷん粒及びこれらを含む柔組織片，赤褐色の擬上皮，孔紋，階紋，網紋及びらせん紋道管の破片を認める．また，四角形～だ円状四角形，径 30 ～ 150 μm，長さ 100 ～ 250 μm，細胞壁の厚さ 6 ～ 12 μm の厚壁細胞も認められる．ハナトリカブト又はオクトリカブト由来のでんぷん粒は円形又はだ円形で，径 2 ～ 25 μm の単粒又は 2 ～ 10 数個の複粒からなり，へそは明らかである．

ブシ末 2　本品は淡黄白色を呈し，特異なにおいがある．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，のり化したでんぷん塊及びこれらを含む柔組織片，赤褐色の擬上皮，孔紋，階紋，網紋及びらせん紋道管の破片を認める．また，四角形～だ円状四角形，径 30 ～ 150 μm，長さ 100 ～ 250 μm，細胞壁の厚さ 6 ～ 12 μm の厚壁細胞も認められる．

確認試験　本品 3 g を共栓遠心沈殿管に入れ，ジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取する．この上澄液を減圧で蒸発乾固し，残留物をジエチルエーテル 1 mL に溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸

ベンゾイルメサコニン 1 mg をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5)/アンモニア水（28）混液（40：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，風乾後，亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験　ブシジエステルアルカロイド（アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチン）　本品約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，水 3.0 mL を加えてよく振り混ぜた後，アンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はアンモニア試液 1.0 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ 40 ℃ 以下で溶媒を減圧留去した後，残留物にブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）10 mL を正確に加えて溶かし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液及び純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンに対応する各ピーク高さ，H_{TA} 及び H_{SA}，H_{TJ} 及び H_{SJ}，H_{TH} 及び H_{SH}，H_{TM} 及び H_{SM} を測定する．次式により換算した生薬の乾燥物 1 g に対し，アコニチン，ジェサコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンの量を求めるとき，それぞれ 55 μg 以下，40 μg 以下，55 μg 以下及び 120 μg 以下で，更にこれら 4 成分の総量は 230 μg 以下である．

アコニチン（$C_{34}H_{47}NO_{11}$）の量（μg）
$= (C_{SA} / W) \times (H_{TA} / H_{SA}) \times 10$

ジェサコニチン（$C_{35}H_{49}NO_{12}$）の量（μg）
$= (C_{SJ} / W) \times (H_{TJ} / H_{SJ}) \times 10$

ヒパコニチン（$C_{33}H_{45}NO_{10}$）の量（μg）
$= (C_{SH} / W) \times (H_{TH} / H_{SH}) \times 10$

メサコニチン（$C_{33}H_{45}NO_{11}$）の量（μg）
$= (C_{SM} / W) \times (H_{TM} / H_{SM}) \times 10$

C_{SA}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用アコニチンの濃度（μg/mL）
C_{SJ}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ジェサコニチンの濃度（μg/mL）
C_{SH}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用ヒパコニチンの濃度（μg/mL）
C_{SM}：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液中の純度試験用メサコニチンの濃度（μg/mL）
W：乾燥物に換算した本品の秤取量（g）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：アコニチン，ヒパコニチン及びメサコニチンは 231 nm，ジェサコニチンは 254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液（183：17）
流量：メサコニチンの保持時間が約 31 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 20 μL につき，検出器の測定波長を 254 nm とし，上記の条件で操作するとき，メサコニチン，ヒパコニチン，アコニチン，ジェサコニチンの順に溶出し，それぞれの分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 1 mL をとり，ブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 10 mL とする．この液 20 μL につき，検出器の測定波長を 231 nm とし，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メサコニチンのピーク高さの相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈5.01〉　11.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉
ブシ末 1　4.0 % 以下．
ブシ末 2　7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.7 % 以下．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 1.6 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は，アンモニア試液 0.8 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を用いて，更にこの操作を 3 回行う．全抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物をエタノール（99.5）5 mL に溶かし，新たに煮沸し冷却した水 30 mL を加え，0.01 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の緑色が青緑色を経て，灰青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L 塩酸 1 mL = 6.037 mg 総アルカロイド〔ベンゾイルアコニン（$C_{32}H_{45}NO_{10}$）として〕

ベラドンナコン

Belladonna Root

BELLADONNAE RADIX

ベラドンナ根

本品は *Atropa belladonna* Linné（*Solanaceae*）の根である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$：289.37）0.4 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は円柱形を呈し，通例，長さ 10 ～ 30 cm，

径 0.5 ～ 4 cm，しばしば横切又は縦割されている．外面は灰褐色～灰黄褐色を呈し，縦じわがある．周皮はしばしば除いてある．折面は淡黄色～淡黄褐色を呈し，粉性である．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦い．

確認試験　本品の粉末 2.0 g を共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 30 mL を加え，5 分間超音波を照射した後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗にとり，酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水/アンモニア水（28）混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 10 分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは標準溶液から得た黄赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1）　茎及び根頭部　本品は残茎及び根頭部 10.0 % 以上を含まない．

（2）　異物〈*5.01*〉　本品は茎及び根頭部以外の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰　分〈*5.01*〉　6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

定 量 法　本品の粉末を 60 ℃ で 8 時間乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて潤す．これにジエチルエーテル 25 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．残留物はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 5 mL に溶かし，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とする．この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン（アトロピン）のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5) \times 0.8551$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液（1 → 2500）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし，トリエチルアミン 10 mL を加え，リン酸で pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とした液/アセトニトリル混液（9：1）

流量：アトロピンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アトロピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

ベラドンナエキス
Belladonna Extract

本品は定量するとき，ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$：289.37）0.85 ～ 1.05 % を含む．

製　法　「ベラドンナコン」の粗末 1000 g をとり，35 vol% エタノール 4000 mL を加え，3 日間冷浸後，圧搾し，その残留物に 35 vol% エタノール 2000 mL を注ぎ，更に 2 日間冷浸した後，前後の浸液を合わせ，2 日間放置した後，ろ過し，以下エキス剤の製法により軟エキスとする．ただし，35 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は暗褐色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品 0.5 g にアンモニア試液 30 mL を加えてかき混ぜた後，分液漏斗に移し，酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．以下「ベラドンナコン」の確認試験を準用する．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル 25 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 5 mL に溶かし，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 25 mL とする．以下「ベラドンナコン」の定量法を準用する．

ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5) \times 0.8551$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液（1 → 2500）

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

ヘンズ
Dolichos Seed
DOLICHI SEMEN
扁豆

本品はフジマメ *Dolichos lablab* Linné（*Leguminosae*）の種子である．

生薬の性状　本品は偏だ円形～偏卵円形を呈し，長さ 9 ～ 14 mm，幅 6 ～ 10 mm，厚さ 4 ～ 7 mm である．外面は淡黄白色～淡黄色を呈し，平滑でややつやがある．一辺に隆起する白色の半月形の種枕がある．質は堅い．

本品はにおいがほとんどなく，わずかに甘味と酸味がある．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，種皮の最外層はクチクラで被われた 1 細胞層の柵状の表皮細胞からなる．表皮下は 1 細胞層の砂時計状の厚壁化した細胞からなり，その内側に柔組織があり，その最内部は退廃化する．種皮の内側には子葉がある．子葉の最外層は 1 細胞層の表皮細胞がとりまき，その内部は主として柔組織からなり，アリューロン粒，油滴を含み，でんぷん粒を認めることがある．

確認試験　本品の粉末 3 g にメタノール 30 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．メタノールを留去し，残留物に水 30 mL 及び酢酸エチル 50 mL を加えて振り混ぜる．上層をとり，無水硫酸ナトリウム 10 g を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，酢酸エチルを留去し，残留物に酢酸エチル 1 mL を加え，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）混液（100：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，R_f 値約 0.4 付近に青白色の蛍光を発するスポットを認める．

乾燥減量〈5.01〉　14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈5.01〉　4.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉　希エタノールエキス　9.0 % 以上．

ボウイ
Sinomenium Stem
SINOMENI CAULIS ET RHIZOMA
防已

本品はオオツヅラフジ *Sinomenium acutum* Rehder et Wilson（*Menispermaceae*）のつる性の茎及び根茎である．

生薬の性状　本品は円形又はだ円形の切片で，厚さ 0.2 ～ 0.4 cm，径 1 ～ 4.5 cm である．両切面の皮部は淡褐色～暗褐色を呈し，木部は灰褐色の道管部と暗褐色の放射組織とが交互に放射状に配列する．側面は暗灰色で，縦みぞといぼ状突起がある．

本品はほとんどにおいがなく，味は苦い．

本品の横切面を鏡検〈5.01〉するとき，一次皮部及び内しょうには著しく膜の厚い石細胞が認められ，道管部では大小の道管がほぼ階段状に配列する．放射組織の細胞はおおむね木化せず，ところどころに著しく膜の厚い大きな石細胞が散在する．一次皮部にはシュウ酸カルシウムの針晶を含み，放射組織中にはでんぷん粒及びシュウ酸カルシウムの小針晶を含む．でんぷん粒は単粒で，径は 3 ～ 10 μm である．

確認試験　本品の粉末 0.5 g に希酢酸 10 mL を加え，しばしば振り混ぜながら水浴上で 2 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 2 滴を加えるとき，直ちにだいだい黄色の沈殿を生じる．

灰　分〈5.01〉　7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　0.5 % 以下．

ボウコン
Imperata Rhizome
IMPERATAE RHIZOMA
茅根

本品はチガヤ *Imperata cylindrica* Beauvois（*Gramineae*）の細根及びりん片葉をほとんど除いた根茎である．

生薬の性状　本品は細長い円柱形を呈し，径 0.3 ～ 0.5 cm，ときに分枝している．外面は黄白色で，わずかな縦じわ及び 2 ～ 3 cm ごとに節がある．折りにくく，折面は繊維性である．横切面は不規則な円形で，皮層の厚さは中心柱の径よりもわずかに薄く，髄の組織はしばしばうつろとなる．横切面をルーペ視するとき，皮層は黄白色で，ところどころに褐色のはん点を認め，中心柱は黄褐色である．

本品はにおいがなく，味は初めなく，後にわずかに甘い．

確認試験　本品の粉末 1 g にヘキサン 20 mL を加え，時々振り混ぜながら 30 分間放置した後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下でヘキサンを留去し，残留物を無水酢酸 5 mL に溶かし，その 0.5 mL を試験管にとり，硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤褐色を呈し，上層は青緑色～青紫色を呈する．

純度試験

（1）　細根及びりん片葉　本品は細根及びりん片葉 3.0 % 以上を含まない．

（2）　異物〈5.01〉　本品は細根及びりん片葉以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰　分〈5.01〉　5.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉　1.5 % 以下．

ボウフウ
Saposhnikovia Root
SAPOSHNIKOVIAE RADIX
防風

本品は *Saposhnikovia divaricata* Schischkin（*Umbelliferae*）の根及び根茎である．

生薬の性状　本品は細長い円すい形を呈し，長さ 15 ～ 20

cm，径 0.7 ～ 1.5 cm である．外面は淡褐色で，根茎には密に輪節状の横じわがあり，褐色の毛状になった葉しょうの残基を付けることがあり，根には多数の縦じわ及び細根の跡がある．横切面の皮部は灰褐色で，空げきが多く，木部は黄色である．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘い．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は茎及びその他の異物 2.0 % 以上を含まない．

灰 分〈5.01〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 20.0 % 以上．

ボタンピ

Moutan Bark

MOUTAN CORTEX

牡丹皮

本品はボタン *Paeonia suffruticosa* Andrews（*Paeonia moutan* Sims）（*Paeoniaceae*）の根皮である．

本品はペオノール 1.0 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は管状～半管状の皮片で，厚さ約 0.5 cm，長さ 5 ～ 8 cm，径 0.8 ～ 1.5 cm である．外面は暗褐色～帯紫褐色で，横に長い小だ円形の側根の跡と縦じわがあり，内面は淡灰褐色～帯紫褐色を呈し，平らである．折面はきめがあらい．内面及び折面にはしばしば白色の結晶を付着する．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに辛くて苦い．

確認試験 本品の粉末 2.0 g にヘキサン 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 木部 本品は木部 5.0 % 以上を含まない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4） 異物〈5.01〉 本品は木部以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

（5） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

灰 分〈5.01〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

成分含量測定法 本品の粉末約 0.3 g を精密に量り，メタノール 40 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール 40 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用ペオノールをデシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 1 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のペオノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{ペオノールの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$$

W_S：成分含量測定用ペオノールの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（65：35：2）

流量：ペオノールの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用ペオノール 1 mg，パラオキシ安息香酸ブチル 5 mg をメタノールに溶かして 25 mL とする．この液 10 μL につき上記の条件で操作するとき，ペオノール，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度が 2 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ペオノールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

ボタンピ末

Powdered Moutan Bark

MOUTAN CORTEX PULVERATUS

牡丹皮末

本品は「ボタンピ」を粉末としたものである．

本品はペオノール 0.7 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は淡灰黄褐色を呈し，特異なにおいがあり，味はわずかに辛くて苦い．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む柔組織の破片，タンニンを含むコルク組織の破片，やや厚膜の厚角組織の破片，放射組織の破片，師部柔組織の破片，シュウ酸カルシウムの集晶及びこれを含む柔組織の破片を認める．でんぷん粒は単粒及び 2 ～ 10 数個の複粒で，単粒の径は 10 ～ 25 μm，シュウ酸カルシウムの集晶は径 20 ～ 30 μm である．

確認試験

（1） 本品 2.0 g にヘキサン 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ペオノール 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（2） （1）の試料溶液 1 mL をとり，ヘキサンを留去し，残留物をエタノール（95）50 mL に溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 228 nm，274 nm 及び 313 nm 付近に吸収の極大を示す．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 3.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（3） 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，通例，道管その他の厚膜細胞を認めない．

（4） 総 BHC の量及び総 DDT の量〈5.01〉 各々 0.2 ppm 以下．

灰 分〈5.01〉 6.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.0 % 以下．

成分含量測定法 本品約 0.5 g を精密に量り，メタノール 40 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する．残留物は，メタノール 40 mL を加え，同様に操作する．全ろ液を合わせ，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に成分含量測定用ペオノールをデシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 1 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のペオノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ペオノールの量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：成分含量測定用ペオノールの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（65：35：2）

流量：ペオノールの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：成分含量測定用ペオノール 1 mg，パラオキシ安息香酸ブチル 5 mg をメタノールに溶かして 25 mL とする．この液 10 μL につき上記の条件で操作するとき，ペオノール，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度が 2 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ペオノールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

補中益気湯エキス
Hochuekkito Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，ヘスペリジン 16 ～ 48 mg，サイコサポニン b_2 0.3 ～ 1.2 mg（サイコ 1 g の処方），0.6 ～ 2.4 mg（サイコ 2 g の処方）及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）12 ～ 36 mg を含む．

製 法 「ニンジン」4 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」4 g，「オウギ」4 g，「トウキ」3 g，「チンピ」2 g，「タイソウ」2 g，「サイコ」2 g，「カンゾウ」1.5 g，「ショウキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」1 g，又は「ニンジン」4 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」4 g，「オウギ」4 g，「トウキ」3 g，「チンピ」2 g，「タイソウ」2 g，「サイコ」1 g，「カンゾウ」1.5 g，「ショウキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」0.5 g，又は「ニンジン」4 g，「ビャクジュツ」4 g，「オウギ」3 g，「トウキ」3 g，「チンピ」2 g，「タイソウ」2 g，「サイコ」2 g，「カンゾウ」1.5 g，「ショウキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」1 g，又は「ニンジン」4 g，「ビャクジュツ」4 g，「オウギ」4 g，「トウキ」3 g，「チンピ」2 g，「タイソウ」2 g，「サイコ」1 g，「カンゾウ」1.5 g，「カンキョウ」0.5 g 及び「ショウマ」0.5 g の生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性 状 本品は淡褐色～褐色の粉末で，わずかににおいがあり，味は甘く，苦い．

確認試験

（1） 本品 2.0 g をとり，30 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる．1-ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする．別にギンセノシド Rb_1 標準品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/1-プロパノール/水/酢酸（100）混液（7：5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液

から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ニンジン）．

（2）（ビャクジュツ配合処方） 本品 3.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 50 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 1 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL 及び標準溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1-ナフトール・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ビャクジュツ）．

（3）（ソウジュツ配合処方） 本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加え振り混ぜた後，ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とし，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する（ソウジュツ）．

（4） 本品 3.0 g をとり，水酸化カリウム・メタノール溶液（1 → 50）40 mL を加え，15 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を分取し，減圧で溶媒を留去する．残留物に水 30 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，1-ブタノール 20 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール層を分取する．1-ブタノール層に水 20 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 1 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（60：30：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（オウギ）．

（5） 本品 3.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 50 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 1 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 (*Z*)-リグスチリド 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（トウキ）．

（6） 本品 2.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる．1-ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 2 μL 及び標準溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸（100）混液（10：6：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液を均等に噴霧し，アンモニアガス中に放置するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（チンピ）．

（7） 本品 2.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる．1-ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（サイコ）．

（8） 本品 2.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる．1-ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン 1 mg をとり，メタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチ

ル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）．

（9）（ショウキョウ配合処方） 本品 3.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 50 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 1 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ギンゲロール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ショウキョウ）．

(10)（カンキョウ配合処方） 本品 10 g をとり，300 mL の硬質ガラスフラスコに入れ，水 100 mL 及びシリコン樹脂 1 mL を加えた後，精油定量器を装着し，定量器の上端に還流冷却器を付け，加熱し，沸騰させる．定量器の目盛り管には，あらかじめ水を基準線まで入れ，ヘキサン 2 mL を加える．1 時間加熱還流した後，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 [6]-ショーガオール 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 60 μL 及び標準溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンキョウ）．

(11) 本品 2.0 g をとり，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 50 mL を加えて振り混ぜる．1-ブタノール層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にメタノール 3 mL を加えて試料溶液とする．薄層クロマトグラフィー用 3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL 及び標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水混液（20：12：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（ショウマ）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，エキス剤の項（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 11.5 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 9.0 % 以下．

定 量 法

（1） ヘスペリジン 本品約 0.1 g を精密に量り，薄めたテトラヒドロフラン（1 → 4） 50 mL を正確に加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に成分含量測定用ヘスペリジンをデシケーター（シリカゲル）で 24 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたテトラヒドロフラン（1 → 4）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のヘスペリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

$$\text{ヘスペリジンの量（mg）} = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_S：成分含量測定用ヘスペリジンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（82：18：1）

流量：毎分 1.0 mL（ヘスペリジンの保持時間約 15 分）

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用ヘスペリジン及び薄層クロマトグラフィー用ナリンギン 1 mg を薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナリンギン，ヘスペリジンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヘスペリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） サイコサポニン b_2 本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に成分含量測定用サイコサポニン b_2 をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液

のサイコサポニン b_2 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

サイコサポニン b_2 の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_S：成分含量測定用サイコサポニン b_2 の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（5：3）

流量：毎分 1.0 mL（サイコサポニン b_2 の保持時間約 12 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，サイコサポニン b_2 のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，サイコサポニン b_2 のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（3） グリチルリチン酸　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2） 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15）/アセトニトリル混液（13：7）

流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ホミカ

Nux Vomica

STRYCHNI SEMEN

本品は *Strychnos nux-vomica* Linné（*Loganiaceae*）の種子である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41）1.07 % 以上を含む．

生薬の性状　本品は円板状で，しばしばわずかに屈曲し，径 1 ～ 3 cm，厚さ 0.3 ～ 0.5 cm である．外面は淡灰黄緑色～淡灰褐色を呈し，中央部から周辺に向かう光沢のある伏毛で密に覆われる．両面の周辺及び中央部はやや隆起し，周辺の一点には点状の珠孔があり，片面の中心点との間に，しばしば隆起した線を現す．質は極めて堅い．水に浸して割ると，種皮は薄く，内部は淡灰黄色で角質の内乳 2 枚からなり，中央部は狭い空間となっている．内乳の内面の一端に，長さ約 0.7 cm の白色の胚がある．

本品はにおいがなく，味は極めて苦く，残留性である．

確認試験

（1） 本品の粉末 3 g にアンモニア試液 3 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，時々振り混ぜながら 30 分間冷浸した後，ろ過し，ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する．これに薄めた硫酸（1 → 10）5 mL を加え，よく振り混ぜながら，クロロホルムのにおいがなくなるまで水浴上で加温した後に放冷し，脱脂綿を用いてろ過し，ろ液 1 mL に硝酸 2 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） （1）の残りのろ液に二クロム酸カリウム試液 1 mL を加え，1 時間放置するとき，黄赤色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水 1 mL で洗い，その一部をとり小試験管に入れ，水 1 mL を加え，加温して溶かし，冷後，硫酸 5 滴を器壁に沿って注意して滴加するとき，硫酸層は紫色となり，直ちに赤色～赤褐色に変わる．

灰　分〈5.01〉 3.0 % 以下．

定 量 法　本品の粉末を 60 ℃ で 8 時間乾燥し，その約 1 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア水（28） 1 mL を加えて潤す．これにジエチルエーテル 20 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて，更にこの操作を 3 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 10 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用硝酸ストリキニーネ（別途乾燥減量を測定しておく）約 75 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー

〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するストリキニーネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定する．

ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5) \times 0.8414$

W_S：乾燥物に換算した定量用硝酸ストリキニーネの秤取量（mg）

内標準溶液　バルビタールナトリウムの移動相溶液（1 → 500）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水に溶かし 1000 mL とした液/アセトニトリル/トリエチルアミン混液（45：5：1）をリン酸で pH 3.0 に調整する．

流量：ストリキニーネの保持時間が約 17 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ストリキニーネの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

ホミカエキス
Nux Vomica Extract

本品は定量するとき，ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41）6.15 ～ 6.81 % を含む．

製　法　「ホミカ」の粗末 1000 g をとり，ヘキサンで脱脂した後，「エタノール」750 mL，「酢酸」10 mL 及び「精製水」240 mL の混液を第 1 浸出剤とし，70 vol% エタノールを第 2 浸出剤として，パーコレーション法により浸出し，全浸液を合わせ，以下エキス剤の製法により乾燥エキスとして製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は黄褐色～褐色の粉末で，弱いにおいがあり，味は極めて苦い．

確認試験　本品約 0.5 g にアンモニア試液 0.5 mL 及びクロロホルム 10 mL を加え，時々振り混ぜて抽出し，クロロホルム抽出液をろ過し，ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する．以下「ホミカ」の確認試験を準用する．

定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル 20 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて，更にこの操作を 3 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテル層を留去する．残留物を移動相 10 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とする．以下「ホミカ」の定量法を準用する．

ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5) \times 0.8414$

W_S：乾燥物に換算した定量用硝酸ストリキニーネの秤取量（mg）

内標準溶液　バルビタールナトリウムの移動相溶液（1 → 500）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ホミカエキス散
Nux Vomica Extract Powder

本品は定量するとき，ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41）0.61 ～ 0.68 % を含む．

製　法

ホミカエキス	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

「ホミカエキス」をとり，「精製水」100 mL を加え，加温しながらかき混ぜて軟化し，冷後，デンプン，「乳糖水和物」又はこれらの混合物 800 g を少量ずつ加えてよく混和し，なるべく低温で乾燥し，更にその適量を加えて均質とし，粉末として製する．

性　状　本品は黄褐色～灰褐色の粉末で，わずかに弱いにおいがあり，味は苦い．

確認試験

（1）　本品 3 g をとり，アンモニア試液 3 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，時々振り混ぜながら 30 分間冷浸した後，ろ過し，ろ液を水浴上で加温してクロロホルムの大部分を留去する．これに薄めた硫酸（1 → 10）5 mL を加え，よく振り混ぜながら，クロロホルムのにおいがなくなるまで水浴上で加温した後に放冷し，脱脂綿を用いてろ過し，ろ液 1 mL に硝酸 2 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　（1）の残りのろ液に二クロム酸カリウム試液 1 mL を加え，1 時間放置するとき，黄赤色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水 1 mL で洗い，その一部をとり小試験管に入れ，水 1 mL を加え，加温して溶かし，冷後，硫酸 5 滴を器壁に沿って注意して滴加するとき，硫酸層は紫色となり，直ちに赤色～赤褐色に変わる．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル 20 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて，更にこの操作を 3 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 10 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，

初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用硝酸ストリキニーネ（別途乾燥減量を測定しておく）約 75 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するストリキニーネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定する．

ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5) \times 0.8414$

W_S：乾燥物に換算した定量用硝酸ストリキニーネの秤取量（mg）

内標準溶液　バルビタールナトリウムの移動相溶液（1 → 500）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水に溶かし 1000 mL とした液/アセトニトリル/トリエチルアミン混液（45：5：1）をリン酸で pH 3.0 に調整する．

流量：ストリキニーネの保持時間が約 17 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ストリキニーネの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ホミカチンキ

Nux Vomica Tincture

本品は定量するとき，ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$：334.41）0.097 ～ 0.116 w/v% を含む．

製　法

ホミカ，粗末	100　g
70 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は黄褐色の液で，味は極めて苦い．

比重　d_{20}^{20}：約 0.90

確認試験　本品 20 mL を水浴上で加温してエタノールを除き，冷後，分液漏斗に入れ，アンモニア試液 2 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，2 ～ 3 分間よく振り混ぜた後，クロロホルム層を脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を水浴上で加温し，クロロホルムの大部分を留去する．以下「ホミカ」の確認試験を準用する．

アルコール数〈1.01〉　6.7 以上（第 2 法）．

定 量 法　本品 3 mL を正確に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 10 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めの液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用硝酸ストリキニーネ（別途乾燥減量を測定しておく）約 75 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ホミカ」の定量法を準用する．

ストリキニーネ（$C_{21}H_{22}N_2O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20) \times 0.8414$

W_S：乾燥物に換算した定量用硝酸ストリキニーネの秤取量（mg）

内標準溶液　バルビタールナトリウムの移動相溶液（1 → 500）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ボレイ

Oyster Shell

OSTREAE TESTA

牡蛎

本品はカキ *Ostrea gigas* Thunberg（*Ostreidae*）の貝がらである．

生薬の性状　本品は不整に曲がった葉状又は薄い小片に砕いた貝がらで，完全な形のものは長さ 6 ～ 10 cm，幅 2 ～ 5 cm，上下 2 片からなり，上片は平たん，下片はややくぼんで，その辺縁は共に不整に屈曲して互いにかみ合っている．外面は淡緑灰褐色，内面は乳白色である．

本品はにおい及び味がない．

確認試験

（1）　本品の小片 1 g に希塩酸 10 mL を加え，加熱して溶かすとき，ガスを発生してわずかに淡赤色を帯びる混濁した液となり，透明な薄片状の浮遊物を残す．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　（1）の液はわずかに特異なにおいがあり，これをろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品の粉末 1 g を赤熱するとき，初めは黒褐色に変わり，特異なにおいを発し，更に赤熱を続けるとき，ほとんど白色となる．

純度試験 バリウム 本品の粉末 1 g を希塩酸 10 mL に溶かした液はバリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈しない．

ボレイ末

Powdered Oyster Shell

OSTREAE TESTA PULVERATA

牡蛎末

本品は「ボレイ」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は帯灰白色を呈し，におい及び味はない．

確認試験

（1） 本品 1 g に希塩酸 10 mL を加え，加熱して溶かすとき，ガスを発生してわずかに淡赤色を帯びる混濁した液となる．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） （1）の液はわずかに特異なにおいがあり，これをろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 1 g を赤熱するとき，初めは黒褐色に変わり，特異なにおいを発し，更に赤熱を続けるとき，ほとんど白色となる．

純度試験

（1） 水可溶物 本品 3.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL を蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥後，放冷するとき，残留物の量は 15 mg 以下である．

（2） 酸不溶物 本品 5.0 g に水 100 mL を加え，かき混ぜながら酸性を呈するまで塩酸を少量ずつ加え，更に塩酸 1 mL を追加して煮沸し，冷後，不溶物をろ取し，熱湯で塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉がなくなるまで洗った後，赤熱するとき，残留物の量は 25 mg 以下である．

（3） バリウム 本品 1 g を希塩酸 10 mL に溶かした液はバリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0 % 以下（1 g，180 ℃，4 時間）．

貯 法 容 器 気密容器．

マオウ

Ephedra Herb

EPHEDRAE HERBA

麻黄

本品は *Ephedra sinica* Stapf，*Ephedra intermedia* Schrenk et C. A. Meyer 又 は *Ephedra equisetina* Bunge（*Ephedraceae*）の地上茎である．

本品を乾燥したものは定量するとき，総アルカロイド〔エフェドリン（$C_{10}H_{15}NO$：165.23）及びプソイドエフェドリン（$C_{10}H_{15}NO$：165.23）〕0.7 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は細い円柱状～だ円柱状を呈し，径 0.1 ～ 0.2 cm，節間の長さ 3 ～ 5 cm，淡緑色～黄緑色である．外面に多数の平行する縦みぞがあり，節部にはりん片状の葉がある．葉は長さ 0.2 ～ 0.4 cm，淡褐色～褐色で，通例，対生し，その基部は合着して，筒状になっている．茎の横切面をルーペ視するとき，円形～だ円形で，周辺部は灰緑色～黄緑色を呈し，中心部は赤紫色の物質を充満するか又は中空である．節間部を折るとき，折面の周辺部は繊維性で，縦に裂けやすい．

本品はわずかににおいがあり，味は渋くてわずかに苦く，やや麻ひ性である．

確認試験 本品の粉末約 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，2 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール（95）溶液（1 → 50）を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき R_f 値 0.35 付近に赤紫色のスポットを認める．

純度試験

（1） 木質茎 本品は本植物の木質茎 5.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品はトクサ科（*Equisetaceae*）又はイネ科（*Gramineae*）植物の茎又はその他の異物を含まない．

灰 分〈*5.01*〉 11.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 2.0 % 以下．

定 量 法 本品の中末をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，薄めたメタノール（1 → 2）20 mL を加え，30 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．残留物は薄めたメタノール（1 → 2）20 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のエフェドリン及びプソイドエフェドリン（エフェドリンに対する相対保持時間約 0.9）のピーク面積 A_{TE} 及び A_{TP} 並びに標準溶液のエフェドリンのピーク面積 A_S を測定する．

総アルカロイド（エフェドリン及びプソイドエフェドリン）の量（mg）

$$= W_S \times \{(A_{TE} + A_{TP}) / A_S\} \times (1 / 10) \times 0.819$$

W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 128）/アセトニトリル/リン酸混液（640：360：1）
流量：エフェドリンの保持時間が約 14 分になるように調整する．
カラムの選定：定量用塩酸エフェドリン 1 mg 及び硫酸アトロピン 4 mg を薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エフェドリン，アトロピンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

マクリ

Digenea
DIGENEA
海人草

本品はマクリ *Digenea simplex* C. Agardh（*Rhodomelaceae*）の全藻である．

生薬の性状 本品は丸いひも状を呈し，径 2 ～ 3 mm，暗赤紫色～暗灰赤色又は灰褐色である．不規則な二また状に数回分枝し，短い毛のような小枝で覆われる．しばしば石灰藻類や小形の海藻類を付けている．

本品は海藻臭があり，味はわずかに塩辛く不快である．

確認試験 本品 5 g に水 50 mL を加え，50 ～ 60 ℃ で 1 時間浸出した後，温時ろ過する．残留物に水 50 mL を加え，再び 50 ～ 60 ℃ で 1 時間浸出した後，温時ろ過する．全ろ液を合わせ，水浴上で蒸発して約 25 mL とし，試料溶液とする．別にカイニン酸 0.05 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの水飽和 1-ブタノール溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは淡黄色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

純度試験 異物〈5.01〉 本品は他の藻類など 20.0 % 以上を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 22.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 8.0 % 以下．

マシニン

Hemp Fruit
CANNABIS FRUCTUS
火麻仁
麻子仁

本品はアサ *Cannabis sativa* Linné（*Moraceae*）の果実である．

生薬の性状 本品はわずかに偏平な卵球形を呈し，長さ 4 ～ 5 mm，径 3 ～ 4 mm，外面は灰緑色～灰褐色を呈する．一端はややとがり，他の一端には果柄の跡があり，両側には稜線がある．外面はつやがあり，白色の網脈模様がある．果皮はやや堅い．種子はやや緑色を帯び，内部には灰白色の胚乳がある．本品 100 粒の質量は 1.6 ～ 2.7 g である．

本品はほとんどにおいはないが，かめば香ばしく，味は緩和で油ようである．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，外果皮は 1 層の表皮からなり，中果皮は柔組織，色素細胞層，及び短小細胞列からなり，内果皮は 1 層の放射方向に長い石細胞層からなる．種皮は管状細胞層と海綿状組織からなる．種子の内側には 1 層の柔細胞からなる周乳と 1 層～数層の柔細胞からなる内乳がある．胚の大部分は柔組織からなり胚軸の中央及び子葉の各部に維管束が認められる．胚の柔組織にはアリューロン粒及び油滴を含む．

確認試験 本品の粉末 0.3 g にメタノール 3 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル混液（9：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，R_f 値 0.6 付近に濃青紫色のスポットを認める．

純度試験 ほう葉 本品はほう葉を含まない．

乾燥減量〈5.01〉 9.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 2.0 % 以下．

モクツウ

Akebia Stem
AKEBIAE CAULIS
木通

本品はアケビ *Akebia quinata* Decaisne 又はミツバアケビ *Akebia trifoliata* Koidzumi（*Lardizabalaceae*）のつる性の茎を，通例，横切したものである．

生薬の性状 本品は円形又はだ円形の切片で厚さ 0.2 ～ 0.3 cm，径 1 ～ 3 cm である．両切面の皮部は暗灰褐色を呈し，木部は淡褐色の道管部と灰白色の放射組織とが交互に放射状に配列する．髄は淡灰黄色で，明らかである．側面は灰褐色で，円形又は横に長いだ円形の皮目がある．

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかにえぐい．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，主として結晶細胞

列を伴う繊維束と石細胞群とからなる輪層が師部の外辺を弧状に囲んでいる．皮部の放射組織は単晶を含む厚膜細胞からなる．形成層付近は明らかで，髄周辺の細胞は極めて厚膜である．木部放射組織及び髄周辺の柔細胞にはシュウ酸カルシウムの単晶及びでんぷん粒を含む．でんぷん粒の径は 8 μm 以下である．

確認試験　本品の粉末 0.5 g に水 10 mL を加え，煮沸した後，放冷し，強く振り混ぜるとき，持続性の微細な泡を生じる．

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下．

モッコウ

Saussurea Root

SAUSSUREAE RADIX

木香

本品は ***Saussurea lappa*** Clarke（***Compositae***）の根である．

生薬の性状　本品はほぼ円柱形を呈し，長さ 5 ～ 20 cm，径 1 ～ 6 cm である．わずかに湾曲するものがあり，ときに縦割されている．根頭のあるものでは上端部は茎の跡がくぼんでいる．外面は黄褐色～灰褐色で，あらい縦じわと細かい網目のしわ及び側根の残基がある．ときに周皮を除いたものもある．質は堅くて充実し，折りにくい．横切面は黄褐色～暗褐色で，形成層付近は暗色を呈する．ルーペ視するとき，放射組織は明らかで，ところどころに大きな裂け目があり，褐色の油室が散在している．老根では中央に髄があり，しばしばうつろになっている．

本品は特異なにおいがあり，味は苦い．

確認試験　本品の粉末 0.5 g にエタノール（95）10 mL を加えて 1 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 1 mL に塩酸 0.5 mL を加え，振り混ぜるとき，液は紫色を呈する．

純度試験　異物　本品の横断面にヨウ素試液を滴加するとき，青紫色を呈しない．

灰　分〈*5.01*〉　4.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉　希エタノールエキス 17.0 % 以上．

ヤクチ

Bitter Cardamon

ALPINIAE FRUCTUS

益智

本品は ***Alpinia oxyphylla*** Miquel（***Zingiberaceae***）の果実である．

生薬の性状　本品は球形～紡錘形を呈し，長さ 1 ～ 2 cm，径 0.7 ～ 1 cm である．外面は褐色～暗褐色で，多数の縦に連なる小こぶ状の隆起線がある．果皮は厚さ 0.3 ～ 0.5 mm で，種子塊と密着し，はぎにくい．内部は薄い膜によって縦に 3 室に分かれ，各室には仮種皮によって接合する 5 ～ 8 個の種子がある．種子は不整多角形を呈し，径約 3.5 mm で褐色～暗褐色である．質は堅い．

本品は特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

灰　分〈*5.01*〉　10.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉　2.5 % 以下．

精油含量〈*5.01*〉　本品の粉末 50.0 g をとり，試験を行うとき，その量は 0.4 mL 以上である．

ユウタン

Bear Bile

FEL URSI

熊胆

本品は ***Ursus arctos*** Linné 又はその他近縁動物（***Ursidae***）の胆汁を乾燥したものである．

生薬の性状　本品は不定形の小塊からなり，外面は黄褐色～暗黄褐色で，破砕しやすく，破砕面はガラスようのつやがあり，湿潤していない．

本品は胆のう中に入っているが，ときには取り出されている．胆のうは繊維性の強じんな膜質からなり，長さ 9 ～ 15 cm，幅 7 ～ 9 cm，外面は暗褐色を呈し，半透明である．

本品は弱い特異なにおいががあり，味は極めて苦い．

確認試験　本品の粉末 0.3 g に石油エーテル 50 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で約 1 時間加温した後，ろ過する．残留物 20 mg に塩酸 0.5 mL，無水酢酸 2 mL 及びクロロホルム 2 mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤色を呈し，次に帯赤褐色となり，上層の液はやや赤色を帯びる．また，この液を穏やかに振り混ぜて放置するとき，液は帯赤褐色となり，この色は持続する．

ヨクイニン

Coix Seed

COICIS SEMEN

薏苡仁

本品はハトムギ ***Coix lacryma-jobi*** Linné var. ***mayuen*** Stapf（***Gramineae***）の種皮を除いた種子である．

生薬の性状　本品は卵形～広卵形を呈し，長さ約 6 mm，幅約 5 mm，両端はややくぼみ，背面は丸くふくれ，腹面の中央には縦に深いみぞがある．背面はほぼ白色，粉質で，腹面のみぞに褐色膜質の果皮及び種皮が付いている．横切面をルーペ視するとき，腹面のくぼみには淡黄色の胚盤がある．質は堅い．

本品は弱いにおいがあり，味はわずかに甘く，歯間に粘着する．

確認試験　本品の横断面にヨウ素試液を滴加するとき，内乳は暗赤褐色，胚盤は暗灰色を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉　14.0 % 以下（6 時間）．

灰　分〈*5.01*〉　3.0 % 以下．

ヨクイニン末

Powdered Coix Seed

COICIS SEMEN PULVERATUM

薏苡仁末

本品は「ヨクイニン」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は帯褐灰白色～灰黄白色を呈し，弱いにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，でんぷん粒及びこれを含む内乳組織の破片，黄色を帯びた長方形の細胞からなる果皮の表皮細胞を伴った組織の破片，脂肪油並びにアリューロン粒及びでんぷん粒を共存する柔組織の破片を認め，極めて少数のらせん紋道管の破片を認める．でんぷん粒は単粒及び2個の複粒で，単粒はほぼ等径性で鈍多角形，径 10 ～ 20 μm，中央に星形裂隙状のへそがある．アリューロン粒と共存するでんぷん粒は単粒で，球形，径 3 ～ 7 μm である．

確認試験 本品の少量をスライドガラス上にとり，ヨウ素試液を滴加して鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，径 10 ～ 15 μm，ほぼ等径性で鈍多角形の単でんぷん粒及び複でんぷん粒は帯赤褐色を呈し，脂肪油，アリューロン粒と共存して柔細胞中に含まれる小球形のでんぷん粒は青紫色を呈する．

純度試験 異物 本品を鏡検〈*5.01*〉するとき，ケイ酸化した細胞壁を持つ組織の破片，石細胞その他厚膜木化した細胞，網紋道管，階紋道管，孔紋道管，繊維及び毛の破片，ヨウ素試液で青紫色を呈する径 10 μm 以上の大型でんぷん粒を認めない．

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 3.0 % 以下．

貯 法 容 器 気密容器．

リュウコツ

Longgu

FOSSILIA OSSIS MASTODI

竜骨

本品は大型ほ乳動物の化石化した骨で，主として炭酸カルシウムからなる．

生薬の性状 本品は不定形の塊又は破片で，ときには円柱状の塊である．外面は淡灰白色を呈し，ところどころに灰黒色又は黄褐色のはん点を付けるものがある．外側部は質のち密な 2 ～ 10 mm の層からなり，淡褐色を呈する多孔質部を包囲する．質は重くて堅いがややもろく，破砕すると小片及び粉末となる．

本品はにおい及び味がない．なめるとき，舌に強く吸着する．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.5 g を希塩酸 10 mL に溶かすとき，ガスを発生し，わずかに淡褐色を帯びるやや混濁した液となる．このガスを水酸化カルシウム試液に通じるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） （1）で得た混濁液は特異なにおいを発する．この液をろ過し，アンモニア試液で中和した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品の粉末 0.1 g に硝酸 5 mL を加え，加温して溶かし，七モリブデン酸六アンモニウム試液を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の粉末 2.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜた後，徐々に塩酸 6 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 50 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 25 mL に希酢酸 2 mL，アンモニア試液 1 滴及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の粉末 0.20 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（10 ppm 以下）．

リュウタン

Japanese Gentian

GENTIANAE SCABRAE RADIX

竜胆

本品はトウリンドウ *Gentiana scabra* Bunge，*Gentiana manshurica* Kitagawa 又は *Gentiana triflora* Pallas（*Gentianaceae*）の根及び根茎である．

生薬の性状 本品は不整円柱状の短い根茎の周囲に多くの細長い根を付けたものである．外面は黄褐色～灰黄褐色を呈する．根は長さ 10 ～ 15 cm，径約 0.3 cm で，外面にあらい縦じわがあり，その質は柔軟である．折面は平らで，黄褐色を呈する．根茎は長さ約 2 cm，径約 0.7 cm で，上端に芽又は短い茎の残基を付ける．

本品は弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，根では幼若なものには表皮，外皮及び数層の一次皮部を残すが，通例，その最外層は数個の娘細胞に分割した特異な細胞からなる内皮で，しばしばこれに内接して 1 ～ 2 層の厚角組織がある．二次皮部はところどころに裂け目があり，不規則に師管を分布し，木部には道管がやや放射状に配列し，木部内師管がある．根茎には大きい髄があり，髄には師管を認めることがある．柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの小さい針晶，板晶若しくは砂晶又は油滴を含み，でんぷん粒は，通例，認めない．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，20 分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

灰 分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈*5.01*〉 3.0 % 以下．

リュウタン末

Powdered Japanese Gentian

GENTIANAE SCABRAE RADIX PULVERATA

竜胆末

本品は「リュウタン」を粉末としたものである．

生薬の性状 本品は灰黄褐色を呈し，弱いにおいがあり，味は極めて苦く，残留性である．

本品を鏡検〈5.01〉するとき，油滴及び微細な結晶を含む柔細胞の破片，膜がコルク化して娘細胞に分かれた内皮及び外皮の破片，道管の破片を認める．道管は主として網紋道管と階紋道管で，径は 20 ～ 30 μm である．

確認試験 本品 0.5 g にメタノール 10 mL を加え，20 分間振り混ぜて，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/水混液（8：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た暗紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験 異物 本品を鏡検〈5.01〉するとき，通例，石細胞又は繊維を認めない．また，でんぷん粒は認めないか，又は認めることがあっても，極めてわずかである．

灰 分〈5.01〉 7.0 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 3.0 % 以下．

リョウキョウ

Alpinia Officinarum Rhizome

ALPINIAE OFFICINARI RHIZOMA

良姜

本品は *Alpinia officinarum* Hance（*Zingiberaceae*）の根茎である．

生薬の性状 本品はやや湾曲した円柱形を呈し，しばしば分枝する．長さ 2 ～ 8 cm，径 6 ～ 15 mm である．外面は赤褐色～暗褐色を呈し，細かい縦じわ及び灰白色の輪節があり，ところどころに細根の跡がある．質は堅くて折りにくい．折面は淡褐色を呈し，繊維性で，皮層部の厚さは中心柱の径とほぼ等しい．

本品は特異なにおいがあり，味は極めて辛い．

本品の横切片を鏡検〈5.01〉するとき，最外層は表皮からなり，表皮細胞にはしばしば樹脂よう物質を含む．表皮につづき，皮層，内皮，中心柱が認められる．皮層と中心柱は 1 層の内皮によって区分される．皮層及び中心柱は柔組織からなり，繊維で囲まれた維管束が散在する．柔組織中には褐色の油よう物質を含む油細胞が散在し，柔細胞中にはシュウ酸カルシウムの単晶を含み，単粒のでんぷん粒は，卵円形，だ円形，又は長卵形でへそは偏在し，径 10 ～ 40 μm である．2 ～ 8 粒からなる複粒も含まれる．

確認試験 本品の粉末 0.5 g にアセトン 5 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルで調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（12：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，R_f 値 0.4 ～ 0.5 付近に黄褐色の 2 つのスポットを認める．

乾燥減量〈5.01〉 15.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈5.01〉 7.5 % 以下．

酸不溶性灰分〈5.01〉 1.5 % 以下．

エキス含量〈5.01〉 希エタノールエキス 14.0 % 以上．

苓桂朮甘湯エキス

Ryokeijutsukanto Extract

本品は定量するとき，製法の項に規定した分量で製したエキス当たり，(*E*)-ケイ皮酸 1 ～ 4 mg 及びグリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$：822.93）21 ～ 63 mg を含む．

製 法 「ブクリョウ」6 g，「ケイヒ」4 g，「ビャクジュツ」又は「ソウジュツ」3 g 及び「カンゾウ」2 g の生薬をとり，エキス剤の製法により乾燥エキスとする．

性 状 本品は褐色の粉末で，においがあり，味は甘く，後に苦い．

確認試験

（1） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 (*E*)-ケイ皮酸 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル/ギ酸/水混液（60：40：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青紫色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（ケイヒ）．

（2）（ビャクジュツ配合処方） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル 25 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，減圧で溶媒を留去した後，残留物にジエチルエーテル 2 mL を加えて試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ 1 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶

液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た青白色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい（ビャクジュツ）．

（3）（ソウジュツ配合処方） 本品 2.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ヘキサン 25 mL を加えて振り混ぜる．ヘキサン層を分取し，無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥した後，ろ過する．減圧でろ液の溶媒を留去した後，残留物にヘキサン 2 mL を加えて試料溶液とし，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，R_f 値 0.4 付近に暗紫色のスポットを認める．また，このスポットは，噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱した後，放冷するとき，帯緑褐色を呈する（ソウジュツ）．

（4） 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，1-ブタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リクイリチン 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（20：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（カンゾウ）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，エキス剤（4）により検液を調製し，試験を行う（30 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 8.5 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

灰　分〈5.01〉 8.0 % 以下．

定 量 法

（1） (*E*)-ケイ皮酸　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2） 50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に成分含量測定用 (*E*)-ケイ皮酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間以上乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の (*E*)-ケイ皮酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

(*E*)-ケイ皮酸の量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_S：成分含量測定用 (*E*)-ケイ皮酸の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：273 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/リン酸混液（750：250：1）

流量：毎分 1.0 mL ((*E*)-ケイ皮酸の保持時間約 12 分)

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，(*E*)-ケイ皮酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，(*E*)-ケイ皮酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（2） グリチルリチン酸　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）50 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

グリチルリチン酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）の量（mg）
= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（31）（1 → 15)/アセトニトリル混液（13：7）

流量：毎分 1.0 mL（グリチルリチン酸の保持時間約 12 分）

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリチルリチン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法 容　器　気密容器．

レンギョウ
Forsythia Fruit
FORSYTHIAE FRUCTUS
連翹

本品はレンギョウ *Forsythia suspensa* Vahl 又はシナレンギョウ *Forsythia viridissima* Lindley（*Oleaceae*）の果実である．

生薬の性状 本品はさく果で，卵円形～長卵円形を呈し，長さ 1.5 ～ 2.5 cm，幅 0.5 ～ 1 cm である．先端はとがり，基部に果柄を残存するものがある．外面は淡褐色～暗褐色で淡灰色の小隆起点が散在し，2 本の縦みぞがある．縦みぞに沿って裂開したものは先端がそり返る．裂開した果皮の内面は黄褐色で，中央に隔壁がある．種子は細長い長だ円形で，長さ 0.5 ～ 0.7 cm，通例，翼がある．

本品は弱いにおいがあり，味はない．

確認試験

（1） 本品の粉末 0.2 g に無水酢酸 2 mL を加えてよく振り混ぜ，2 分間放置した後，ろ過する．ろ液 1 mL に硫酸 0.5 mL を穏やかに加えるとき，境界面は赤紫色を呈する．

（2） 本品の粉末 1 g にメタノール 10 mL を加え，水浴上で 2 分間加温した後，ろ過する．ろ液 5 mL にリボン状のマグネシウム 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加えて放置するとき，液は淡赤色～黄赤色を呈する．

純度試験

（1） 小枝 本品は小枝 5.0 % 以上を含まない．

（2） 異物〈*5.01*〉 本品は小枝以外の異物 1.0 % 以上を含まない．

灰 分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 10.0 % 以上．

レンニク
Nelumbo Seed
NELUMBIS SEMEN
蓮肉

本品はハス*Nelumbo nucifera Gaertner*（*Nymphaeaceae*）の通例，内果皮の付いた種子でときに胚を除いたものである．

生薬の性状 本品は卵形体～だ円体で，一端には乳頭状の突起があり，その周辺はへこんでいる．長さ 1.0 ～ 1.7 cm，幅 0.5 ～ 1.2 cm，外面は淡赤褐色～淡黄褐色を呈し，突起部は暗赤褐色を呈する．内果皮はつやがなく，はく離しにくい．内部は黄白色の胚乳からなり，中央部にある胚は緑色である．

本品はほとんどにおいがなく，味はわずかに甘く，やや油ようで，胚は極めて苦い．

本品中央部の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，内果皮は柔組織からなり，ときに脱落して見られないことがある．種皮は表皮と圧縮された柔細胞からなる柔組織で形成され，柔組織中に維管束が散在する．内乳は表皮と柔組織で形成される．残存する内果皮中には，シュウ酸カルシウムの集晶及びタンニン様物質を含み，種皮の柔細胞中にはタンニン様物質を含み，内乳の柔組織中にはでんぷん粒を含む．

確認試験 本品の粉末 0.5 g に水 5 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 0.5 mL に 1–ナフトールのエタノール（99.5）溶液（1 → 5）1 滴を加え，振り混ぜた後，硫酸 1 mL を穏やかに加えるとき，液は紫色を呈する．

乾燥減量〈*5.01*〉 14.0 % 以下（6 時間）．

灰 分〈*5.01*〉 5.0 % 以下．

エキス含量〈*5.01*〉 希エタノールエキス 14.5 % 以上．

ロジン
Rosin
RESINA PINI
コロホニウム

本品は *Pinus* 属諸種植物（*Pinaceae*）の分泌物から精油を除いて得た樹脂である．

生薬の性状 本品は淡黄色～淡褐色，ガラスよう透明の砕きやすい塊で，その外面はしばしば黄色の粉末で覆われ，破砕面は貝がら状でつやがある．

本品は弱いにおいがある．

本品は融解しやすく，黄褐色の炎を発して燃える．

本品はエタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品のエタノール（95）溶液は酸性である．

酸 価〈*1.13*〉 150 ～ 177

灰 分〈*5.01*〉 0.1 % 以下．

ロートコン
Scopolia Rhizome
SCOPOLIAE RHIZOMA

本品はハシリドコロ *Scopolia japonica* Maximowicz，*Scopolia carniolica* Jacquin 又は *Scopolia parviflora* Nakai（*Solanaceae*）の根茎及び根である．

本品を乾燥したものは定量するとき，総アルカロイド〔ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$：289.37）及びスコポラミン（$C_{17}H_{21}NO_4$：303.35）〕0.29 % 以上を含む．

生薬の性状 本品は主として不規則に分枝する多少曲がった根茎からなり，長さ約 15 cm，径 3 cm に達し，ときには縦割されている．外面は灰褐色でしわがあり，ところどころくびれて分節し，先端にはまれに残茎がある．各節の上面には茎の跡があり，側面及び下面には根又はその残基がある．折面は粒状で灰白色～淡褐色を呈し皮部の色はややうすい．

本品は特異なにおいがあり，味は甘く，後にわずかに苦い．

本品の横切片を鏡検〈*5.01*〉するとき，木部には放射組織間に木部内師管を伴う道管群が階段状に配列する．柔細胞中にはでんぷん粒，ときにシュウ酸カルシウムの砂晶を含む．

確認試験

（1） 本品の粉末 1 g にジエチルエーテル 10 mL 及びアンモニア試液 0.5 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過する．残留物をジエチルエーテル 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を分液漏斗に入れ，薄めた硫酸（1 → 50）20 mL を加え，よく振り混ぜた後，酸抽出液を別の分液漏斗中に分取す

る．これにアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし，ジエチルエーテル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取する．ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ，水浴上で蒸発した後，残留物に発煙硝酸 5 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色～紫色を呈する．

（2） 本品の粉末 2.0 g を共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 30 mL を加え，5 分間超音波を照射した後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗にとり，酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 2 mg 及びスコポラミン臭化水素酸塩標準品 1 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水/アンモニア水（28）混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 10 分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 2 個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれの黄赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

灰　分〈*5.01*〉 7.0 % 以下．

定 量 法 本品の粉末を 60 ℃ で 8 時間乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて潤す．これにジエチルエーテル 25 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．残留物はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 5 mL に溶かし，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とする．この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液 A とする．また，スコポラミン臭化水素酸塩標準品（別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液 B とする．標準原液 A 5 mL 及び標準原液 B 1 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン（アトロピン）のピーク面積の比 Q_{TA} 及び Q_{SA} 並びにスコポラミンのピーク面積の比 Q_{TS} 及び Q_{SS} を求め，次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し，それらの合計を総アルカロイドの量とする．

ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$）の量（mg）
$= W_{SA} \times (Q_{TA} / Q_{SA}) \times (1 / 5) \times 0.8551$

スコポラミン（$C_{17}H_{21}NO_4$）の量（mg）
$= W_{SS} \times (Q_{TS} / Q_{SS}) \times (1 / 25) \times 0.7894$

W_{SA}：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

W_{SS}：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液（1 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし，トリエチルアミン 10 mL を加え，リン酸で pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とした液/アセトニトリル混液（9：1）

流量：スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，アトロピン，内標準物質の順に溶出し，スコポラミンとアトロピンとの分離度は 11 以上，また，アトロピンと内標準物質との分離度は 4 以上である．

ロートエキス
Scopolia Extract

本品は定量するとき，総アルカロイド〔ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$：289.37）及びスコポラミン（$C_{17}H_{21}NO_4$：303.35）〕0.90 ～ 1.09 % を含む．

製　法 「ロートコン」の粗末をとり，35 vol% エタノール，「常水」又は「精製水」を浸出剤として，エキス剤の製法により軟エキスとする．

性　状 本品は褐色～暗褐色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水にわずかに混濁して溶ける．

確認試験

（1） 本品 4 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液 8 mL 及びジエチルエーテル 80 mL を加え，密栓して 1 時間振り混ぜた後，トラガント末 2.5 g を加え，再び強く振り混ぜ，5 分間放置し，澄明に分離したジエチルエーテル層を分取する．ジエチルエーテル液を磁製皿に入れ，水浴上で蒸発した後，残留物に発煙硝酸 5 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色～紫色を呈する．

（2） 本品 0.5 g にアンモニア試液 30 mL を加えてかき

混ぜた後，分液漏斗に移す．酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．以下「ロートコン」の確認試験（2）を準用する．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル 25 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 5 mL に溶かし，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とする．以下「ロートコン」の定量法を準用する．

ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$）の量（mg）
$= W_{SA} \times (Q_{TA} / Q_{SA}) \times (1 / 5) \times 0.8551$

スコポラミン（$C_{17}H_{21}NO_4$）の量（mg）
$= W_{SS} \times (Q_{TS} / Q_{SS}) \times (1 / 25) \times 0.7894$

W_{SA}：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）
W_{SS}：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ブルシン二水和物の移動相溶液（1 → 2500）

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

ロートエキス散
Scopolia Extract Powder

本品は定量するとき，総アルカロイド〔ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$：289.37）及びスコポラミン（$C_{17}H_{21}NO_4$：303.35）〕0.085 ～ 0.110 % を含む．

製　法

ロートエキス	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

「ロートエキス」をとり，「精製水」100 mL を加え，加温しながらかき混ぜて軟化し，冷後，デンプン，「乳糖水和物」又はこれらの混合物 800 g を少量ずつ加えてよく混和し，なるべく低温で乾燥し，更にその適量を追加して均質とし，粉末として製する．

性　状 本品は帯褐黄色～灰黄褐色の粉末で，わずかに弱いにおいがあり，味はわずかに苦い．

確認試験

（1） 本品 20 g に水 15 mL 及びアンモニア試液 8 mL を加え，均等に混和し，ジエチルエーテル 100 mL 及び塩化ナトリウム 7 g を加え，密栓して 1 時間振り混ぜた後，トラガント末 5 g を加えて強く振り混ぜる．5 分間放置し，澄明に分離したジエチルエーテル液を分取しろ過する．以下「ロートエキス」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 5.0 g を共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 30 mL を加え，5 分間超音波を照射した後，遠心分離する．上澄液を分液漏斗にとり，酢酸エチル 40 mL を加えて振り混ぜる．酢酸エチル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，液が澄明となった後，ろ過する．ろ液をとり，減圧下で酢酸エチルを留去し，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．以下「ロートコン」の確認試験（2）を準用する．

定 量 法 本品約 4 g を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，アンモニア試液 15 mL を加えて振り混ぜる．これにジエチルエーテル 25 mL を加え，密栓して 15 分間振り混ぜ，遠心分離し，ジエチルエーテル層を分取する．水層はジエチルエーテル 25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 3 回行う．全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．残留物を移動相 5 mL に溶かし，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液を孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液 A とする．また，スコポラミン臭化水素酸塩標準品（別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液 B とする．標準原液 A 5 mL 及び標準原液 B 1 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するヒヨスチアミン（アトロピン）のピーク面積の比 Q_{TA} 及び Q_{SA} 並びにスコポラミンのピーク面積の比 Q_{TS} 及び Q_{SS} を求め，次式によりヒヨスチアミン及びスコポラミンの量を計算し，それらの合計を総アルカロイドの量とする．

ヒヨスチアミン（$C_{17}H_{23}NO_3$）の量（mg）
$= W_{SA} \times (Q_{TA} / Q_{SA}) \times (1 / 5) \times 0.8551$

スコポラミン（$C_{17}H_{21}NO_4$）の量（mg）
$= W_{SS} \times (Q_{TS} / Q_{SS}) \times (1 / 25) \times 0.7894$

W_{SA}：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）
W_{SS}：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ブルシンの二水和物移動相溶液（1 → 2500）
操作条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に

溶かし，トリエチルアミン 10 mL を加え，リン酸で pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とした液/アセトニトリル混液（9：1）

流量：スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，アトロピン，内標準物質の順に溶出し，スコポラミンとアトロピンとの分離度が 11 以上，また，アトロピンと内標準物質との分離度が 4 以上のものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

ロートエキス・アネスタミン散

Scopolia Extract and Ethyl Aminobenzoate Powder

本品は定量するとき，アミノ安息香酸エチル（$C_9H_{11}NO_2$：165.19）22.5 ～ 27.5 % を含む．

製 法

ロートエキス	10 g
アミノ安息香酸エチル	250 g
酸化マグネシウム	150 g
炭酸水素ナトリウム	500 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性 状 本品はわずかに褐色を帯びた白色の粉末で，味はわずかに苦く，舌を麻ひする．

確認試験

（1） 本品 2 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，振り混ぜてガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物はジエチルエーテル 10 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，蒸発乾固し，残留物につき，次の試験を行う（アミノ安息香酸エチル）．

（i） 残留物 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（ii） 残留物 0.1 g に水 5 mL を加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる．

（iii） 残留物 0.05 g に酢酸（31）2 滴及び硫酸 5 滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（2）（1）のジエチルエーテル不溶の残留物に水 30 mL を加え，静かに振り混ぜ，ろ過して得た液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）（2）の水に不溶の残留物に希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過して得た液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4） 本品 30 g を共栓三角フラスコにとり，水 100 mL を加え，30 分間振り混ぜ，直ちにガラスろ過器（G3）を用いて吸引ろ過する．フラスコ中の残留物はろ液を用いてろ過器に移し，ろ過器上の残留物を強く押し付けながら吸引ろ過する．ろ液 75 mL を 300 mL のビーカーに入れ，薄めた硫酸（1 → 3）10 mL を注意して加える．この液にブロモクレゾールグリン試液 0.2 mL を加え，液が緑色から黄緑色に変わるまでよくかき混ぜながら希硫酸を滴加する．冷後，この液を分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル/ヘキサン混液（1：1）25 mL ずつで 2 回よく振り混ぜて洗い，水層を別の分液漏斗にとり，アンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし，直ちにジエチルエーテル 30 mL を加えてよく振り混ぜる．ジエチルエーテル層は塩化ナトリウム飽和溶液 10 mL ずつで 2 回洗い，ジエチルエーテル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をエタノール（95）0.2 mL に溶かし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 2 mg 及びスコポラミン臭化水素酸塩標準品 1 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水/アンモニア水（28）混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 10 分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 2 個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれの黄赤色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，ソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテル 100 mL を加えて 1 時間抽出する．ジエチルエーテルを水浴上で留去し，残留物を 1 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別にアミノ安息香酸エチル標準品をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 75 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，新たに製した亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 200）1 mL を加え，時々振り混ぜながら，5 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加え，よく振り混ぜ，10 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 2 mL を加え，直ちに混和し，水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，2 時間後に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アミノ安息香酸エチル（$C_9H_{11}NO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アミノ安息香酸エチル標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 密閉容器．

ロートエキス・カーボン散
Scopolia Extract and Carbon Powder

製　法

ロートエキス	5 g
薬用炭	550 g
天然ケイ酸アルミニウム	345 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性　状　本品は黒色の飛散しやすい粉末で，味はない．

貯　法　容　　器　密閉容器．

複方ロートエキス・ジアスターゼ散
Compound Scopolia Extract and Diastase Powder

製　法

ロートエキス	8 g
ジアスターゼ	200 g
沈降炭酸カルシウム	300 g
炭酸水素ナトリウム	250 g
酸化マグネシウム	100 g
ゲンチアナ末	50 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．ただし「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性　状　本品は淡黄色の粉末で，味は苦い．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ロートエキス・タンニン坐剤
Scopolia Extract and Tannic Acid Suppositories

製　法

ロートエキス	0.5 g
タンニン酸	1 g
カカオ脂又は適当な基剤	適 量

以上をとり，坐剤の製法により製し，10 個とする．

性　状　本品は淡褐色の坐剤である．

確認試験

（1） 本品 2 個をとり，ジエチルエーテル 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜて基剤を溶かした後，これに水 15 mL を加えてよく振り混ぜ，水層を分取し，ろ過する．ろ液にクロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，その 5 mL にアンモニア試液 5 mL を加えて振り混ぜた後，放置するとき，アンモニア層は青緑色の蛍光を発する．

（2） （1）のジエチルエーテル抽出後の水層 1 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる（タンニン酸）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ロートエキス・パパベリン・アネスタミン散
Scopolia Extract, Papaverine and Ethyl Aminobenzoate Powder

本品は定量するとき，アミノ安息香酸エチル（$C_9H_{11}NO_2$：165.19）10.8 ～ 13.2 % を含む．

製　法

ロートエキス	15 g
パパベリン塩酸塩	15 g
アミノ安息香酸エチル	120 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．ただし，「ロートエキス」の代わりに対応量の「ロートエキス散」を用いて製することができる．

性　状　本品は褐色を帯びた黄色～灰黄褐色の粉末で，味はわずかに苦く，舌を麻ひする．

確認試験

（1） 本品 4 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過する．残留物はジエチルエーテル 10 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，蒸発乾固し，残留物につき，次の試験を行う（アミノ安息香酸エチル）．

（ⅰ） 残留物 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（ⅱ） 残留物 0.1 g に水 5 mL を加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる．

（ⅲ） 残留物 0.05 g に酢酸 2 滴及び硫酸 5 滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（2） （1）のジエチルエーテル不溶の残留物にクロロホルム 20 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，残留物は更にクロロホルム 10 mL で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，分液漏斗に入れ，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて振り混ぜ，脱脂綿でろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，次の試験を行う（パパベリン塩酸塩）．

（ⅰ） 残留物 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 滴を加えるとき，液は無色～淡黄緑色を経て赤紫色を呈する．

（ⅱ） 残留物 1 mg に無水酢酸 3 mL 及び硫酸 5 滴を加えて溶かし，水浴中で 1 分間加熱し，紫外線を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品 20 g を共栓三角フラスコにとり，水 80 mL を加え，15 分間振り混ぜ，ガラスろ過器（G3）を用いて吸

引ろ過する．ろ液 60 mL を分液漏斗にとり，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回振り混ぜて抽出する．水層にアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし，直ちにジエチルエーテル 30 mL を加えてよく振り混ぜる．ジエチルエーテル層を塩化ナトリウム飽和溶液 10 mL ずつで 2 回洗い，ジエチルエーテル層を分取し，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をエタノール（95）0.2 mL に溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン 20 mg，臭化水素酸スコポラミン 10 mg 及び塩酸パパベリン 20 mg をそれぞれ，エタノール（95）10 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（73：15：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 20 分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 3 個の黄赤色の主スポットの R_f 値は，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．

定 量 法　本品約 0.6 g を精密に量り，ソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテル 100 mL を加えて 1 時間抽出する．ジエチルエーテルを水浴上で留去し，残留物を 1 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別にアミノ安息香酸エチル標準品をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 75 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 25 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，新たに製した亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 200）1 mL を加え，時々振り混ぜながら，5 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加え，よく振り混ぜ，10 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 2 mL を加え，直ちに混和し，水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，2 時間後に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アミノ安息香酸エチル（$C_9H_{11}NO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アミノ安息香酸エチル標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

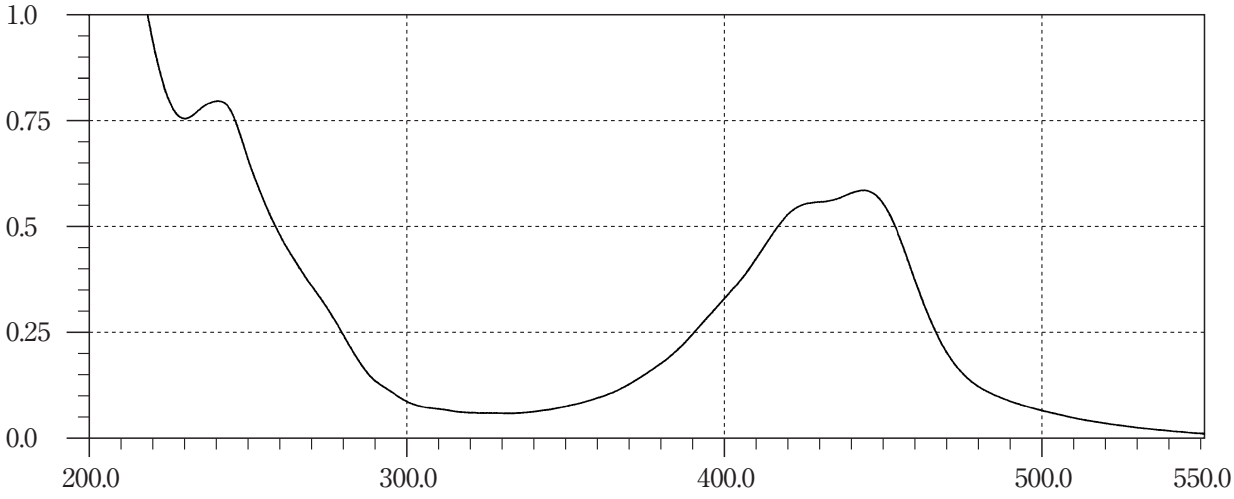
容　　器　密閉容器．

参照紫外可視吸収スペクトル

参照紫外可視吸収スペクトル

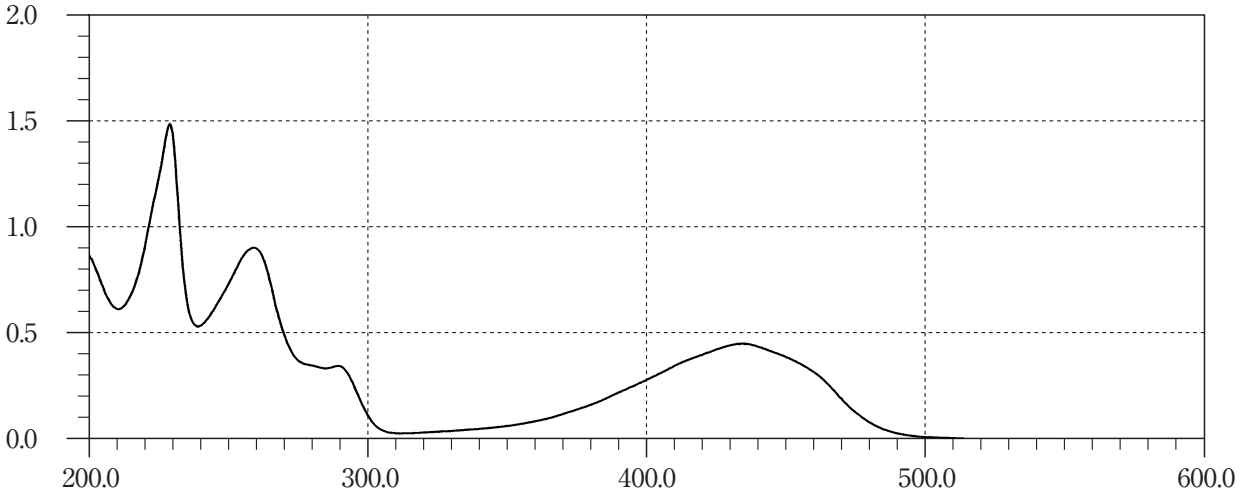
ここに掲げる参照スペクトルは，複光束方式の分光光度計を用い，医薬品各条に規定する方法により測定を行ったものである．横軸に波長（nm），縦軸に吸光度をとり図示する．

アクチノマイシンD



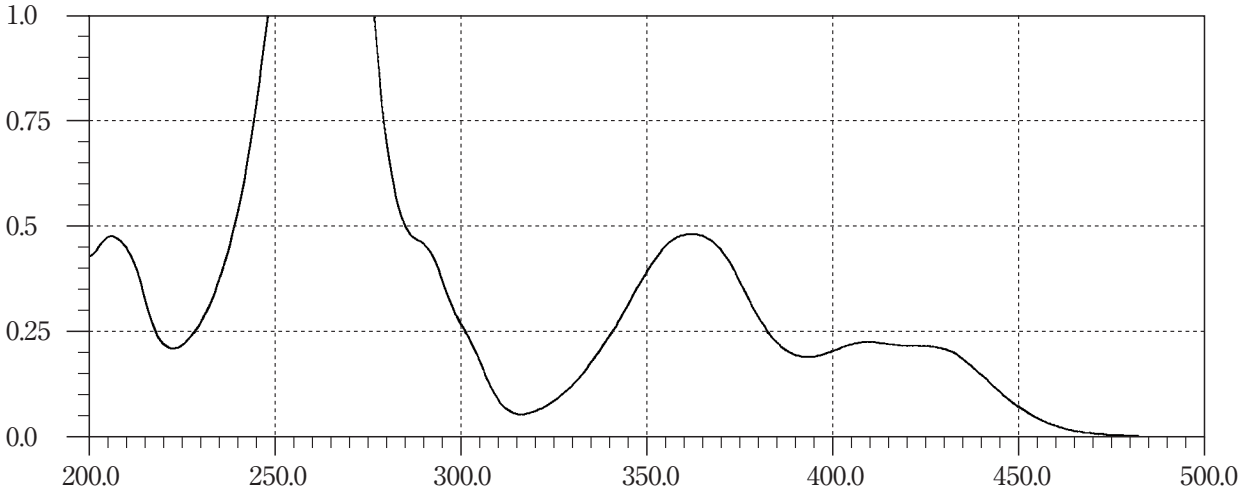
メタノール溶液(3→100000)

アクラルビシン塩酸塩



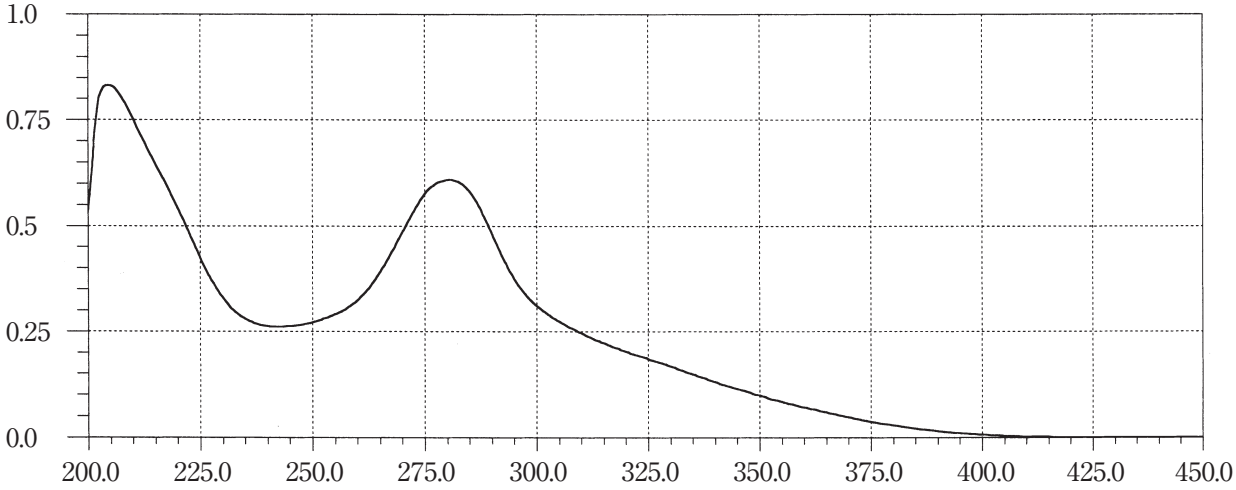
薄めたメタノール(4→5)溶液(3→100000)

アクリノール水和物



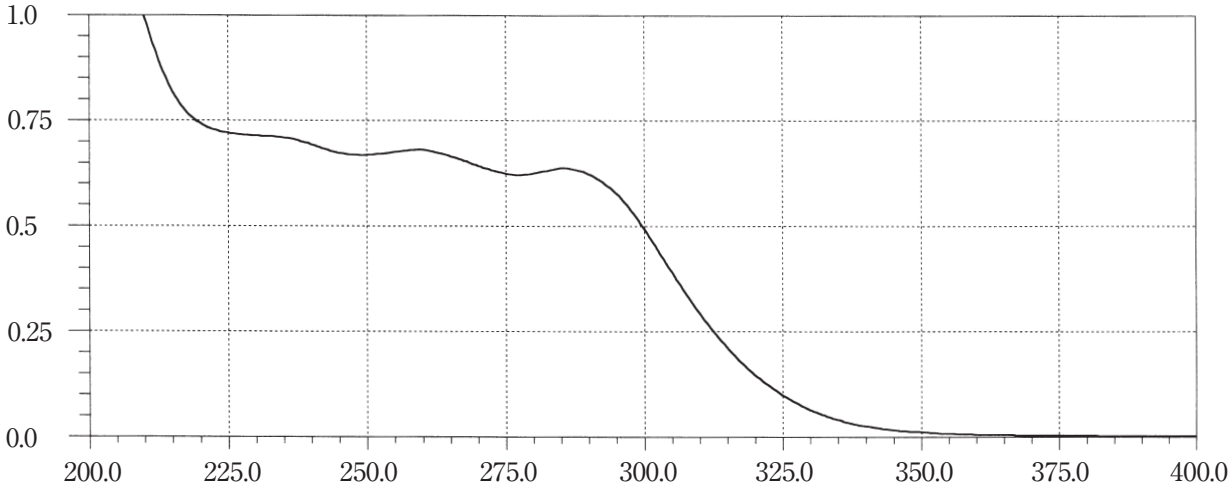
水溶液(3→250000)

アザチオプリン



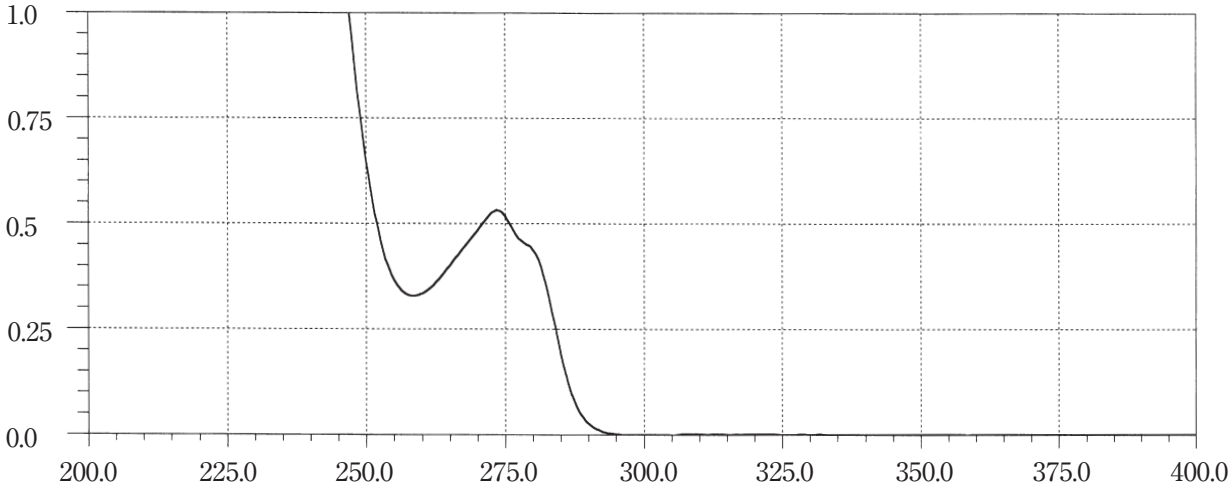
2mol/L塩酸試液溶液(1→10000)，この液5mLに水を加えて50mL

アズトレオナム



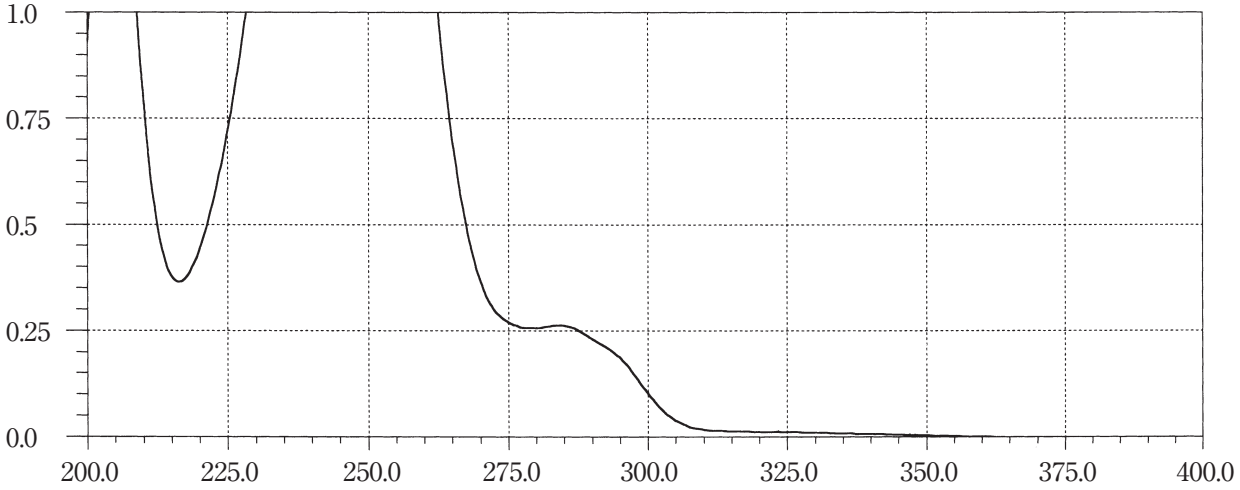
水溶液(3→100000)

アスポキシシリン水和物



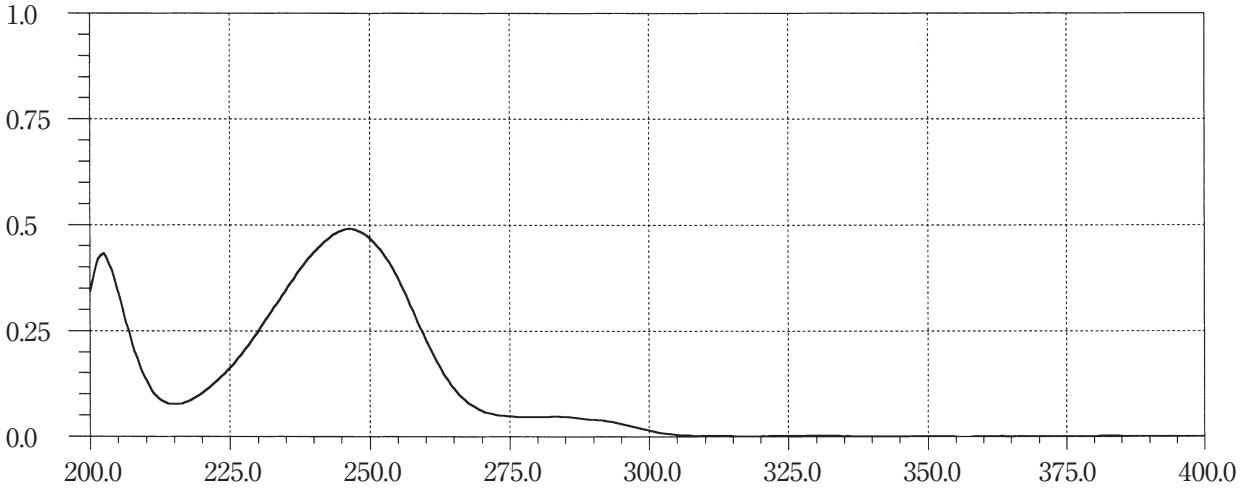
水溶液(1→4000)

アセトヘキサミド 1



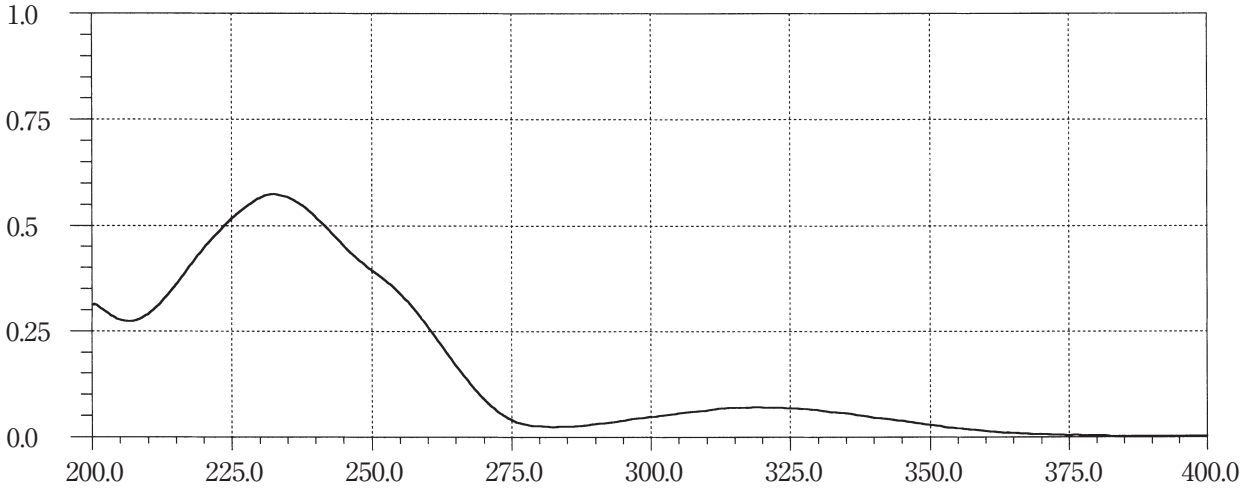
本品0.10g＋メタノール100mL
この液5mL＋0.5mol/L塩酸試液20mL＋メタノール75mL（試料溶液1）

アセトヘキサミド 2



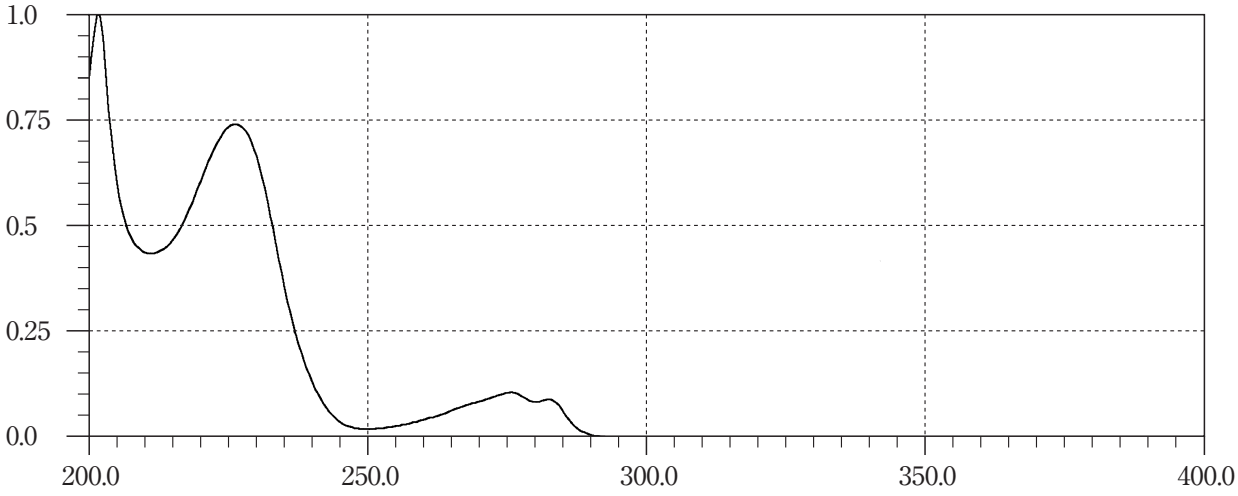
試料溶液1　10mLにメタノールを加えて50mL（試料溶液2）

アセブトロール塩酸塩



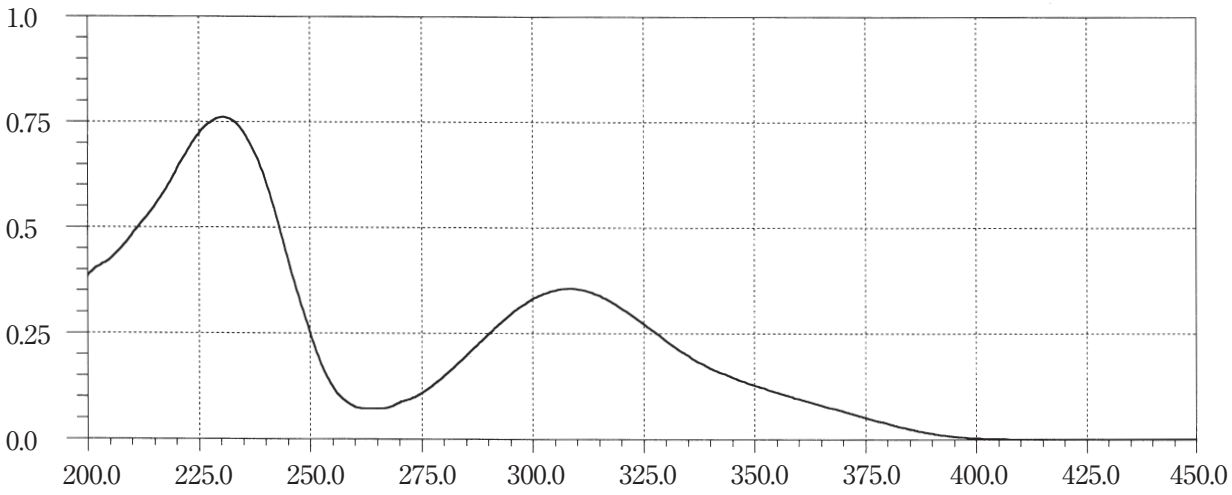
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

アテノロール



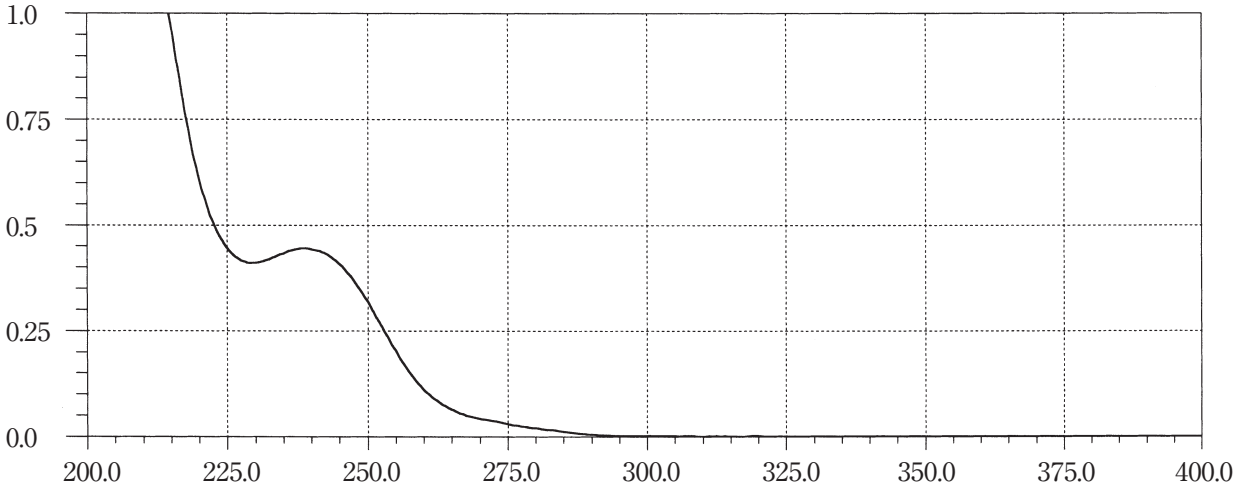
メタノール溶液（1→50000）

アフロクアロン



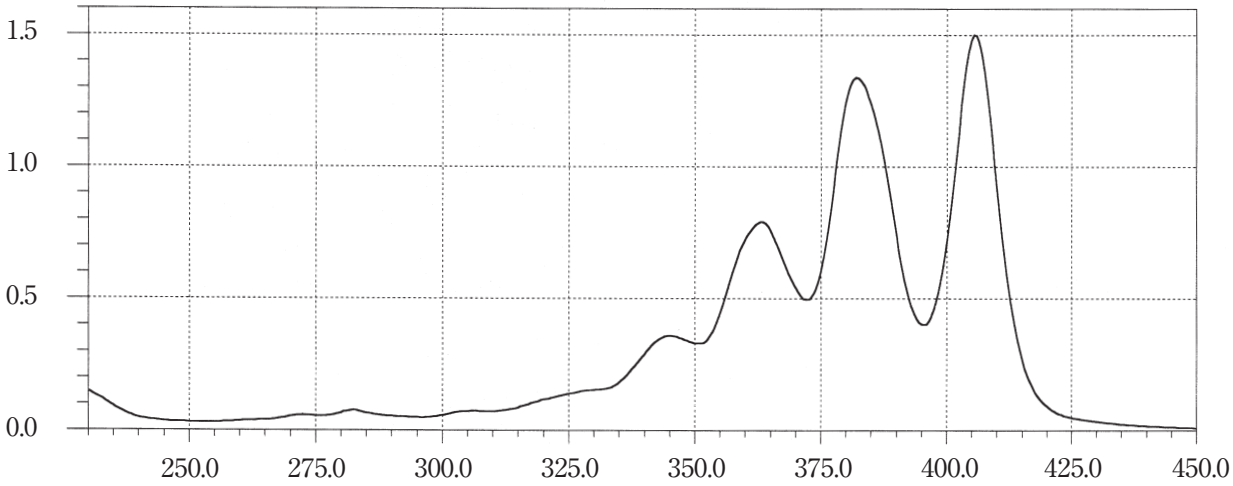
エタノール（99.5）溶液（1→150000）

アミトリプチリン塩酸塩



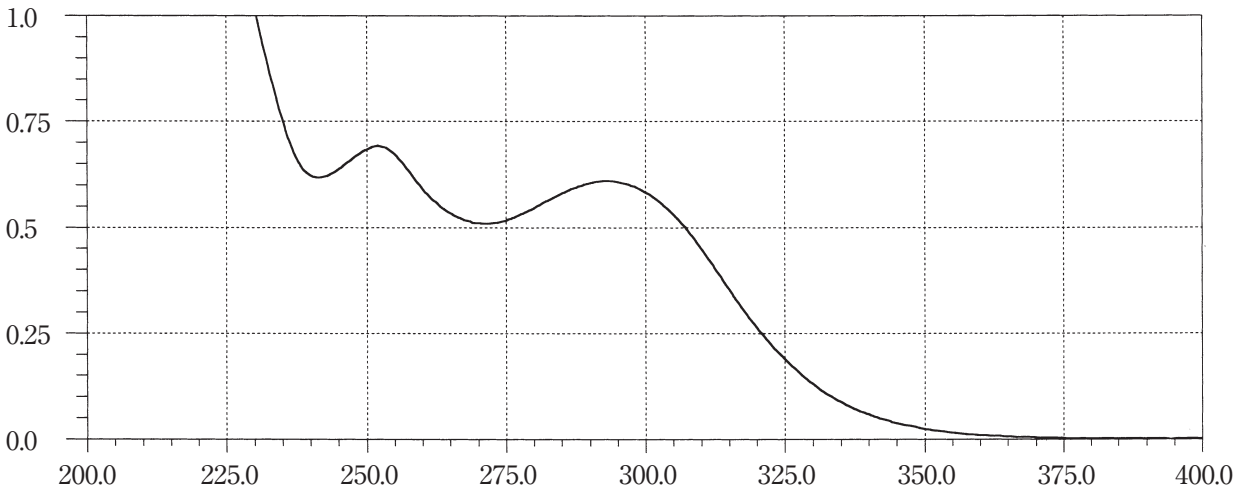
水溶液（1→100000）

アムホテリシンB



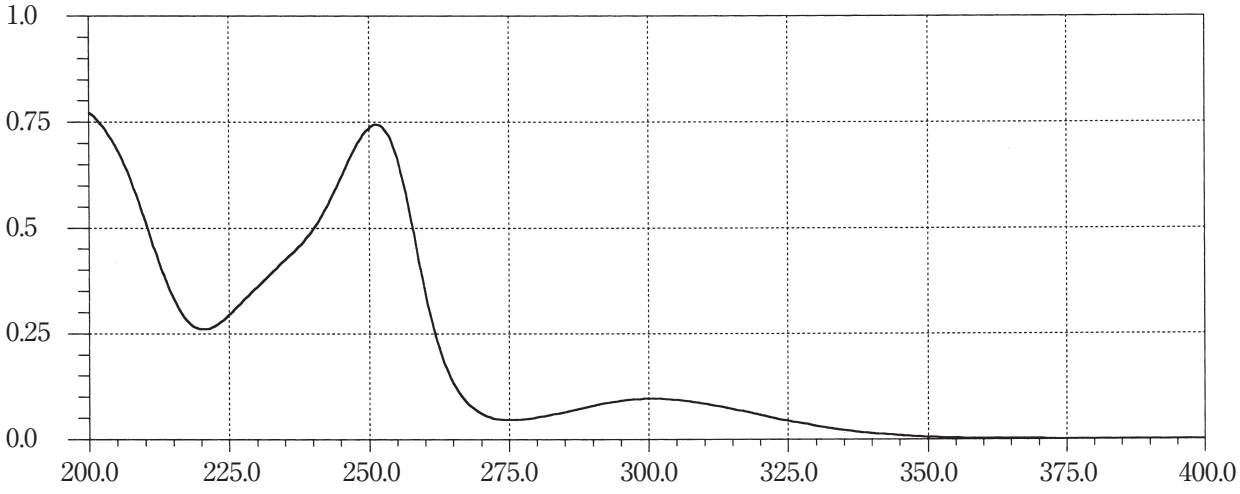
本品25mg＋ジメチルスルホキシド5mL＋メタノールを加えて50mL，
この液1mLにメタノールを加えて50mL

アモキサピン



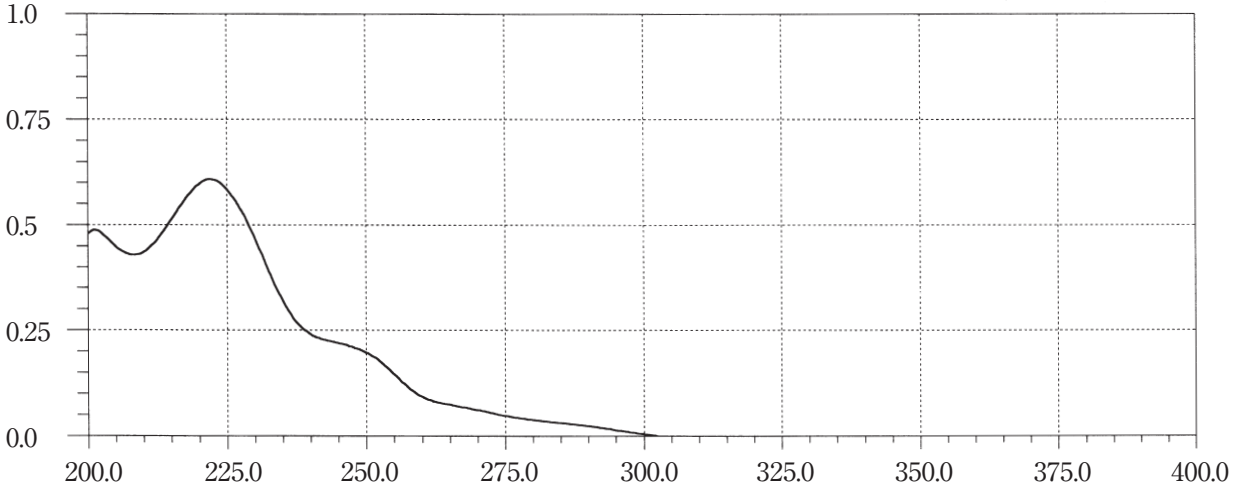
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

アリメマジン酒石酸塩



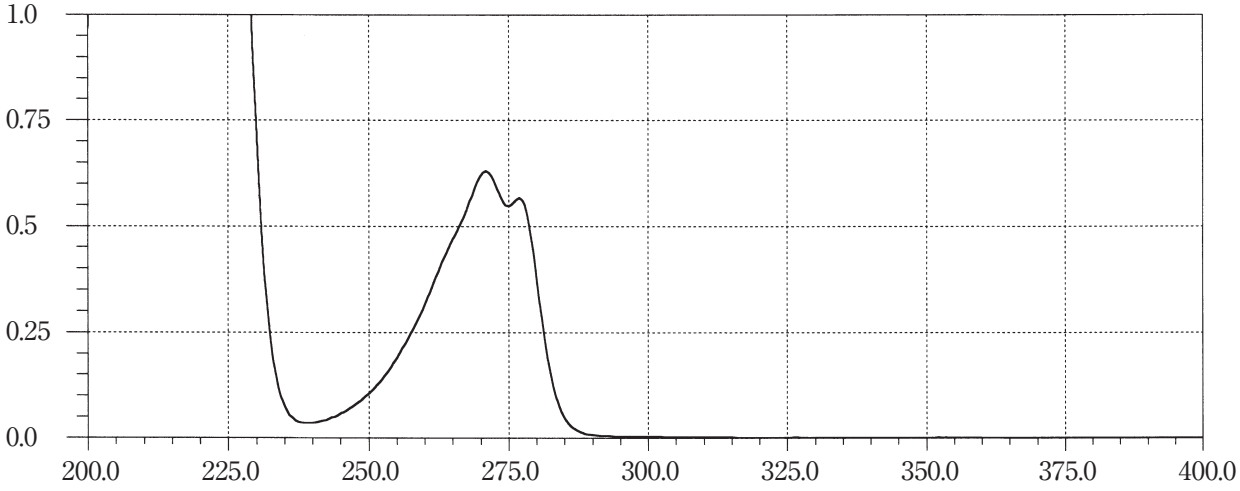
水溶液（1→100000）

アルプラゾラム



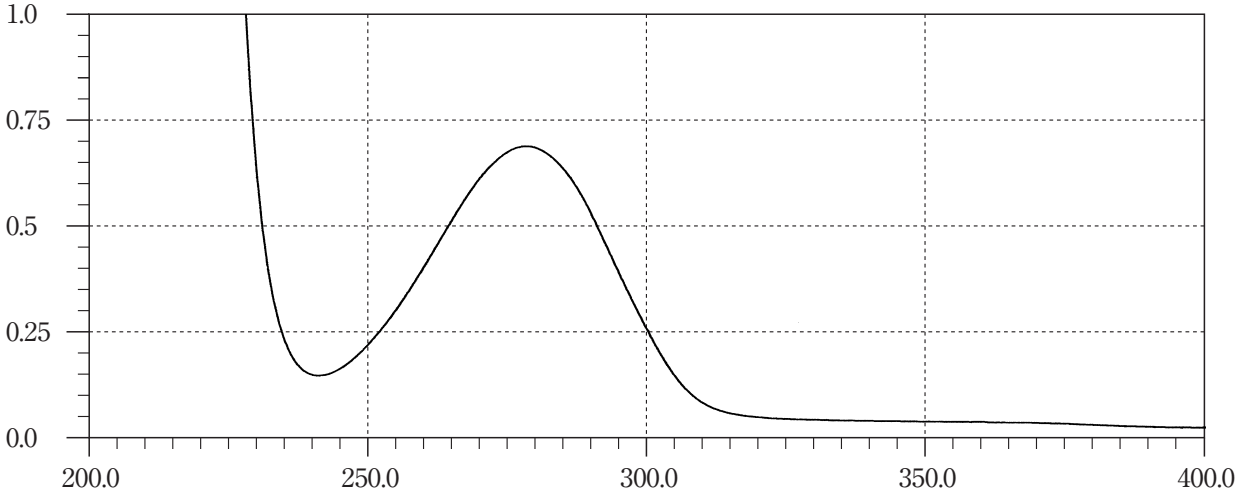
エタノール(95)溶液(1→200000)

アルプレノロール塩酸塩



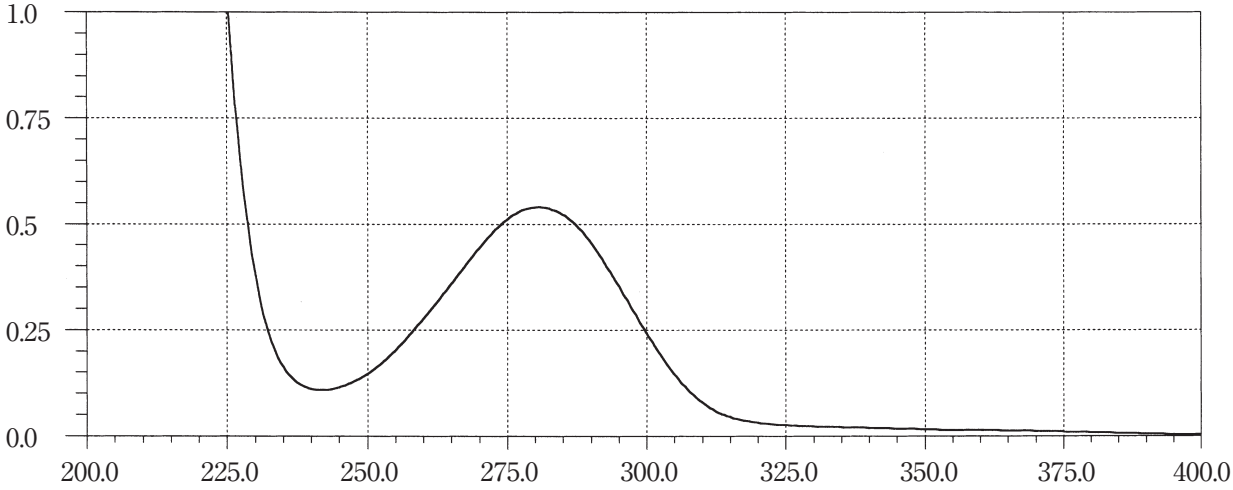
エタノール(95)溶液(1→10000)

アルプロスタジル



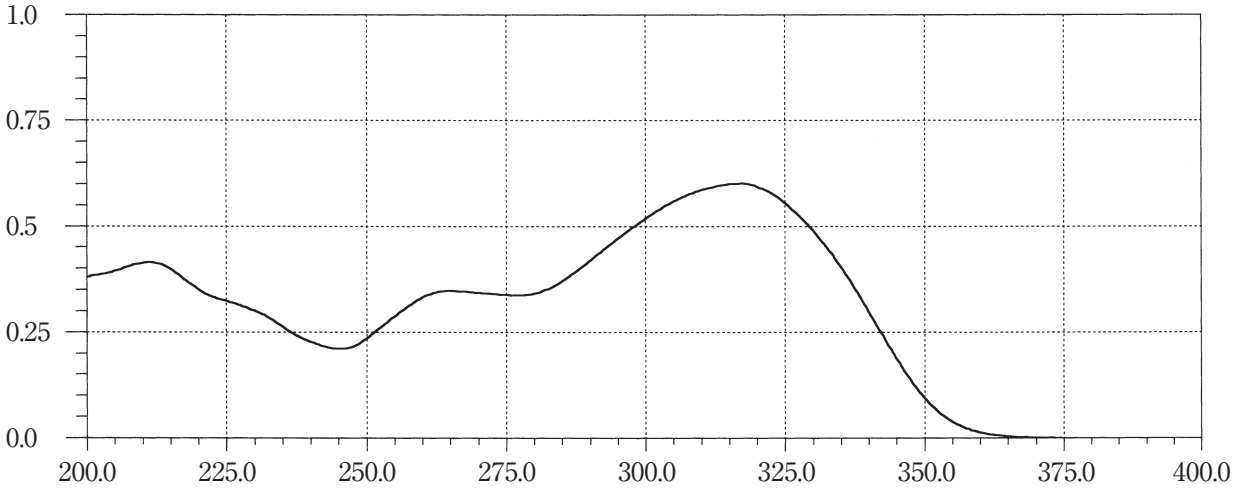
エタノール(99.5)溶液(1→100000)，この液10mL＋水酸化カリウム・エタノール試液 1mL
(15 分間放置)

アルプロスタジル　アルファデクス



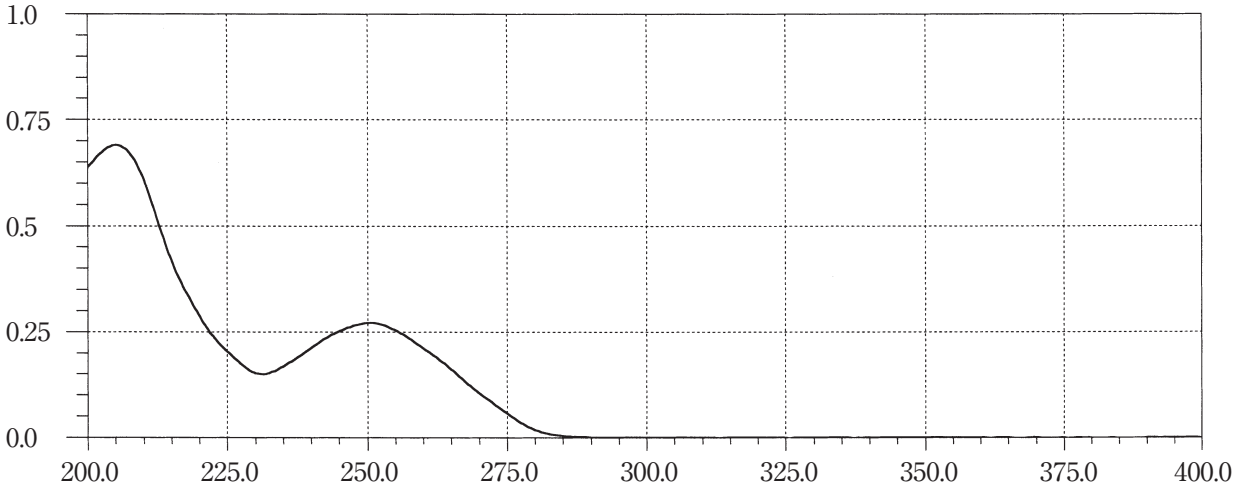
希エタノール溶液(3→10000)，この液10mL＋水酸化カリウム・エタノール試液1mL
(15分間放置)

アロチノロール塩酸塩



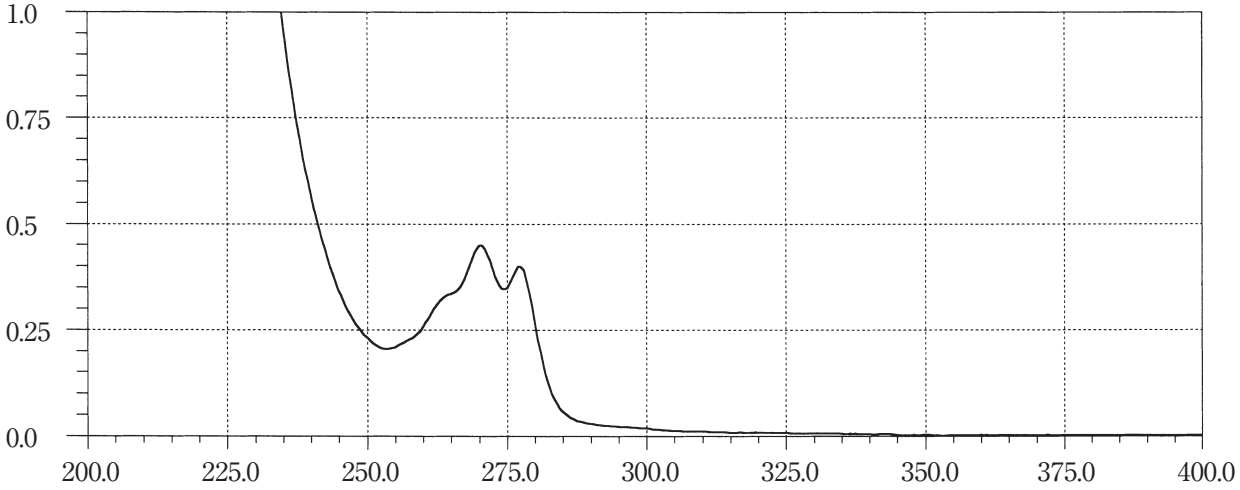
メタノール溶液(1→75000)

アロプリノール



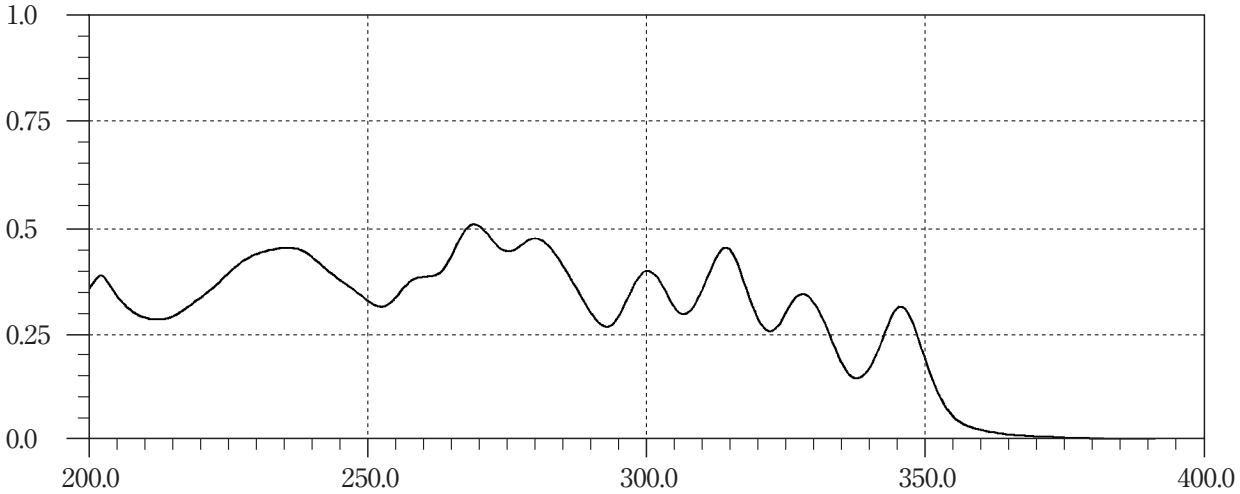
水溶液(1→200000)

アンベノニウム塩化物



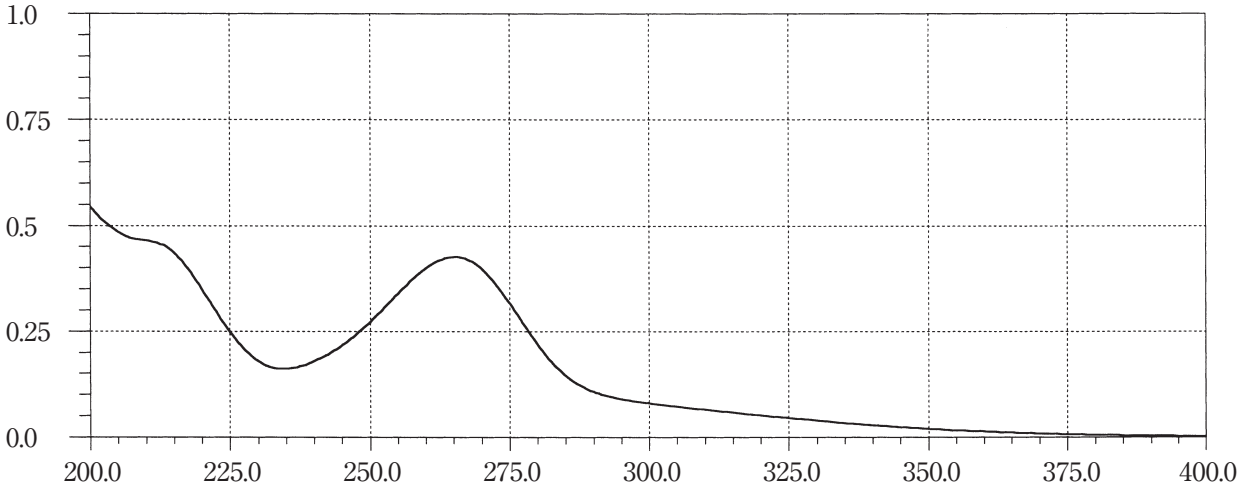
メタノール溶液（1→5000）

イコサペント酸エチル



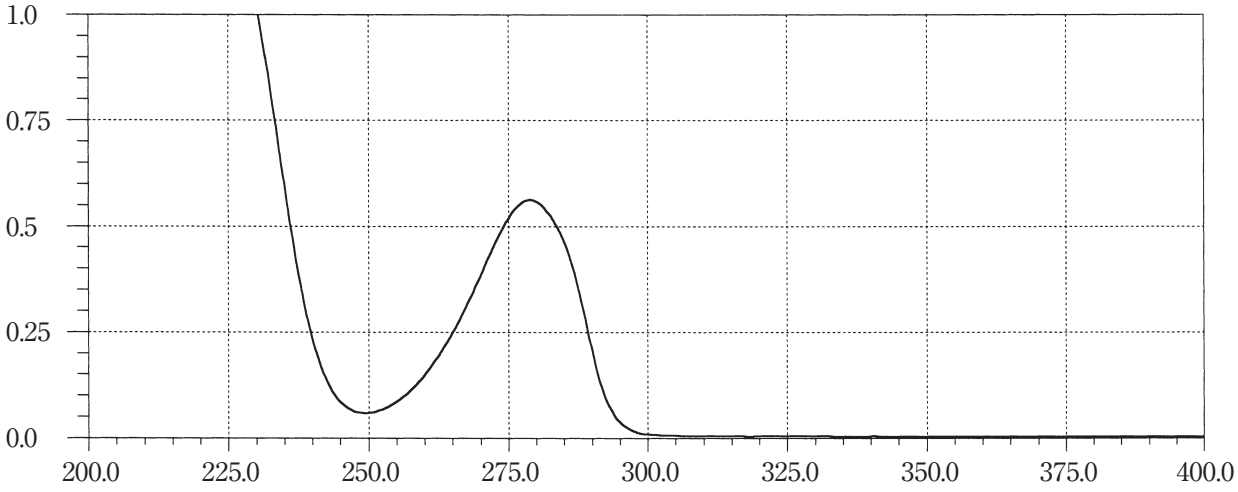
本品20mg+水酸化カリウムのエチレングリコール溶液（21→100）3mL，窒素を送入，密栓した後，180℃で15分間加熱冷後，メタノールを加えて100mL，この液4mLにメタノールを加えて100mL
対照：水酸化カリウムのエチレングリコール溶液（21→100）3mLを同様に操作して得た液

イソニアジド



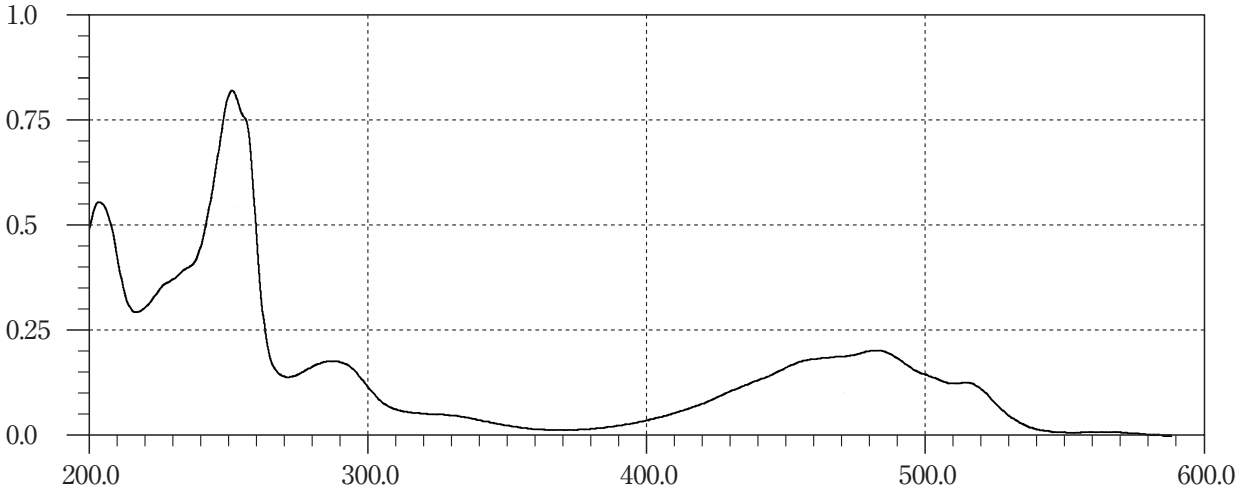
水溶液（1→10000），この液5mL＋0.1mol/L塩酸試液1mL＋水を加えて50mL

l-イソプレナリン塩酸塩



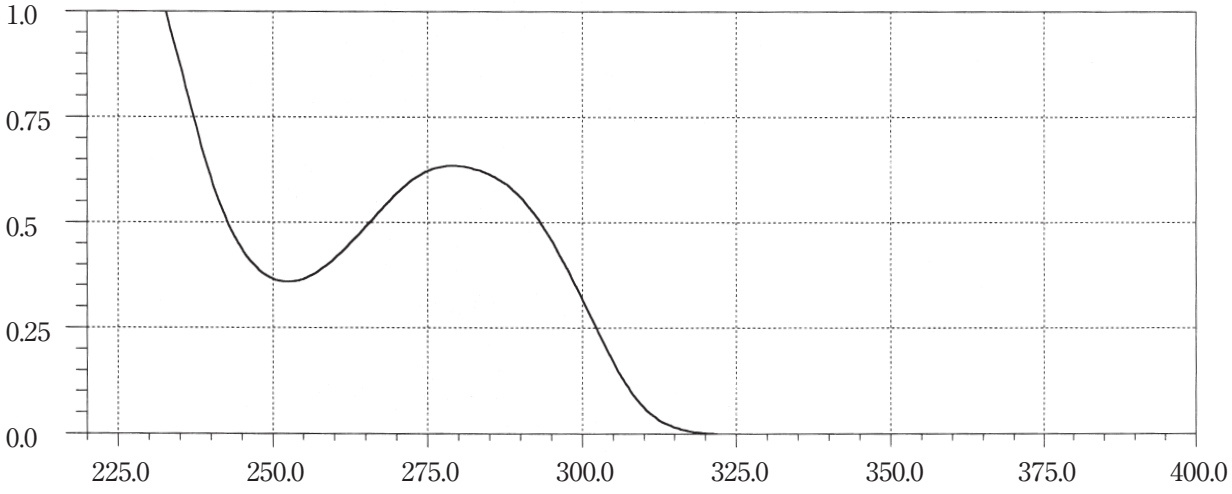
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→20000）

イダルビシン塩酸塩



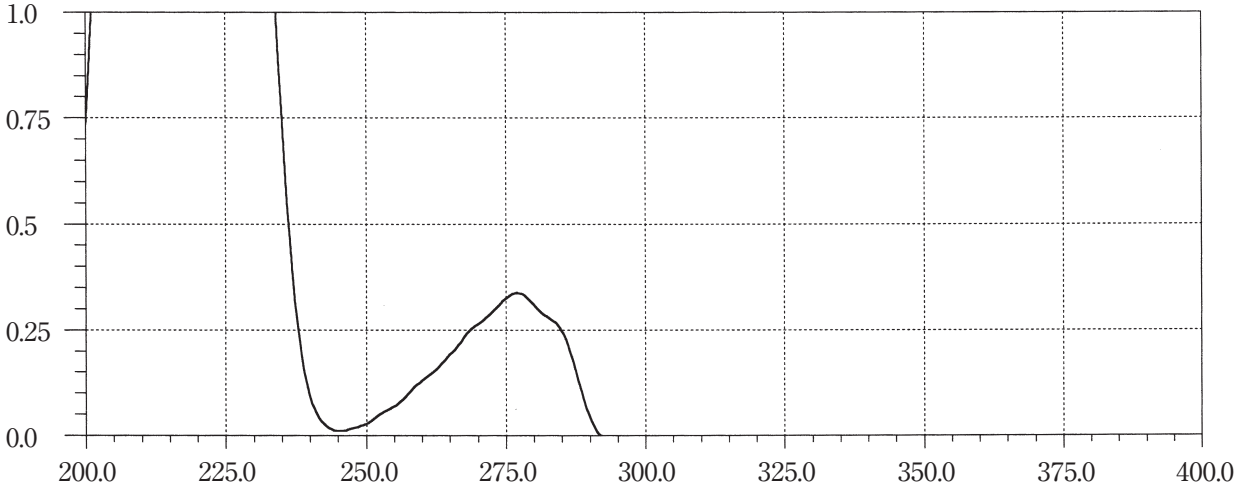
メタノール溶液（1→100000）

イドクスウリジン



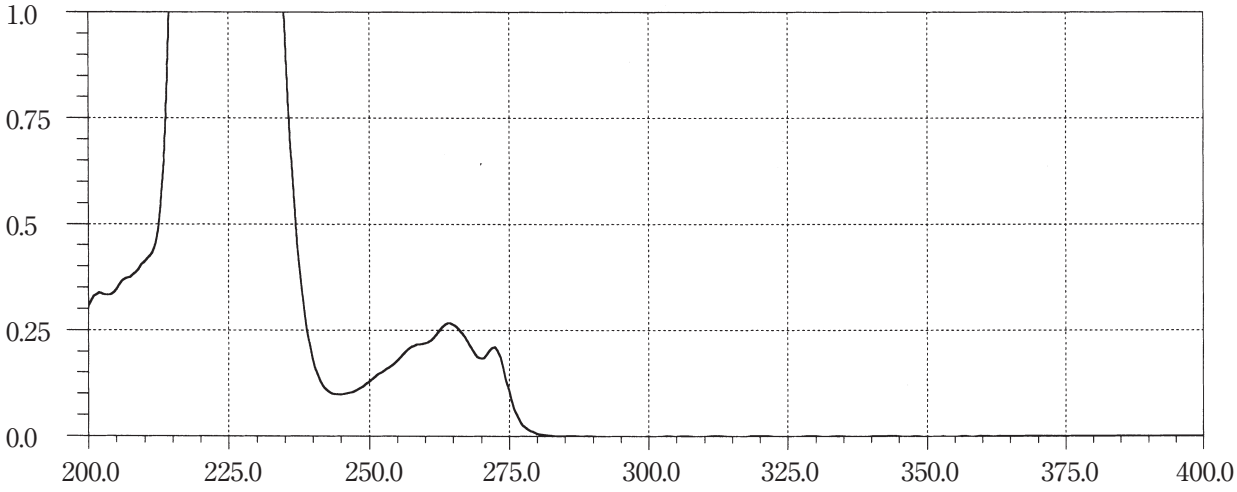
0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液（1→25000）

イフェンプロジル酒石酸塩



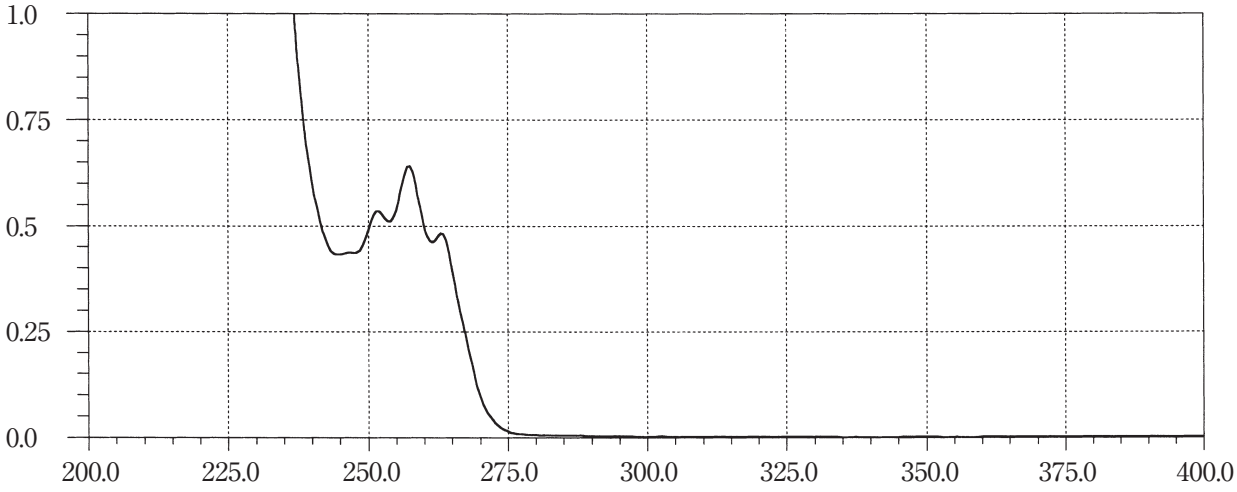
メタノール溶液(1→100000)

イブプロフェン



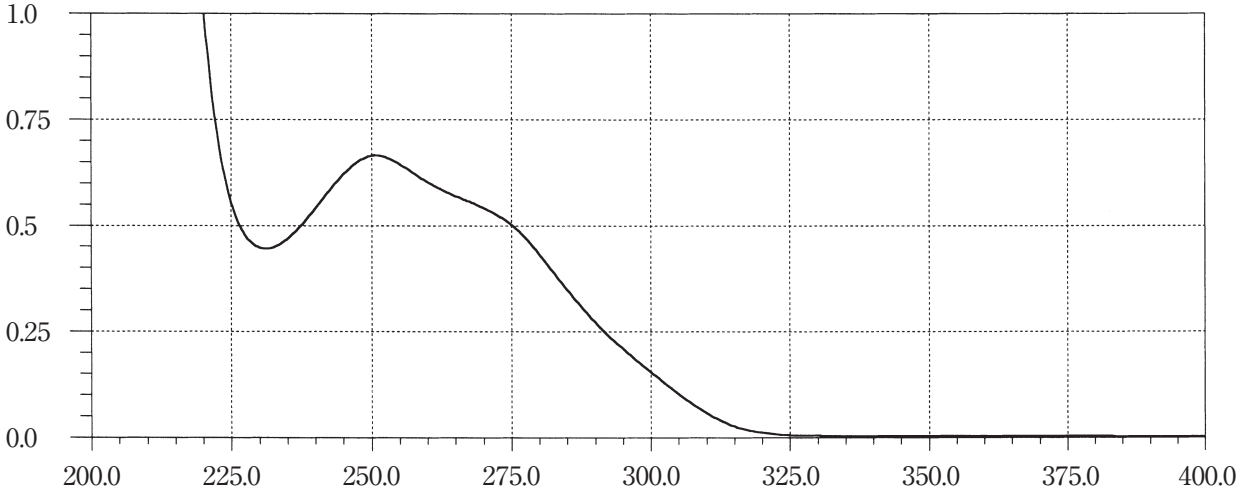
希水酸化ナトリウム試液溶液(3→20000)

イプラトロピウム臭化物水和物



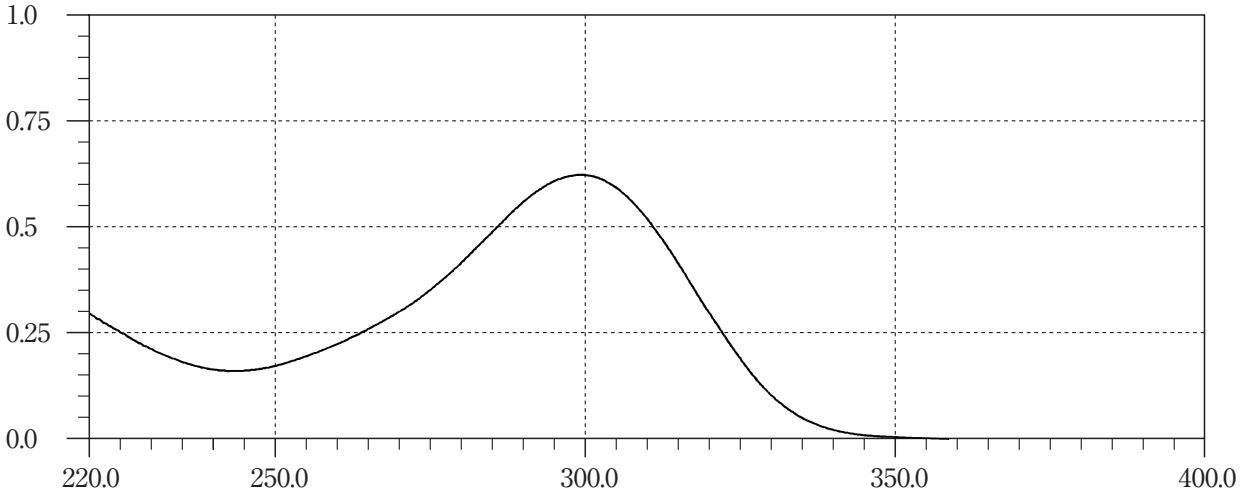
0.01mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

イミプラミン塩酸塩



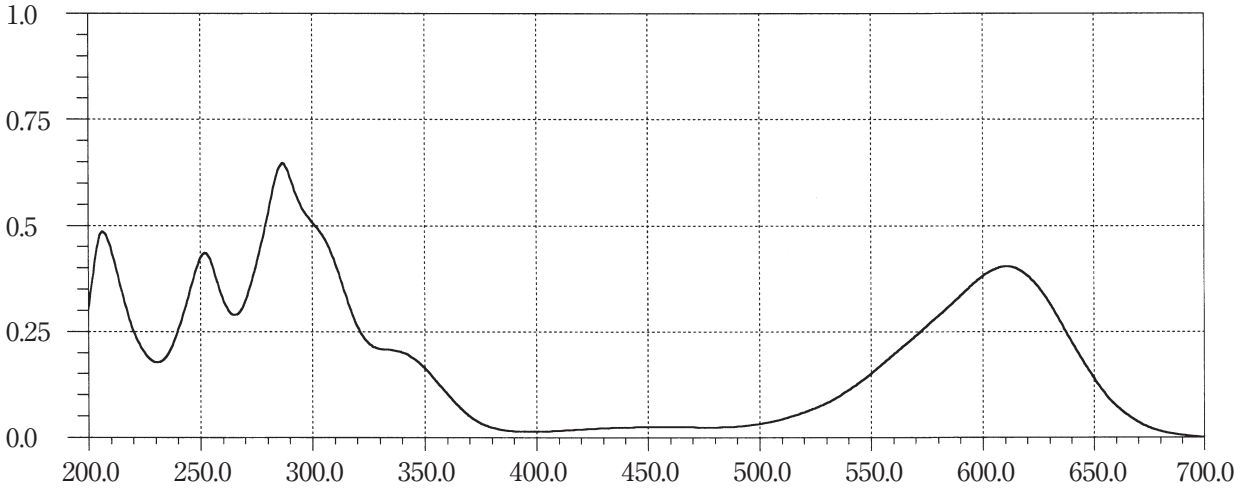
本品5mg＋0.01mol/L塩酸試液溶液250mL

イミペネム水和物



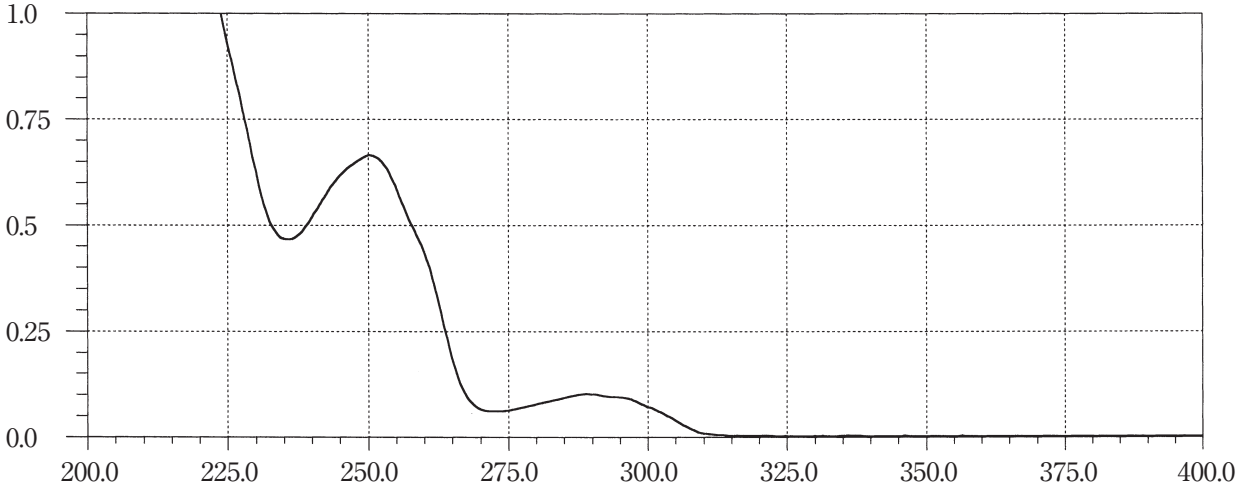
pH7.0の0.1mol/L 3−(*N*−モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液(1→50000)

インジゴカルミン



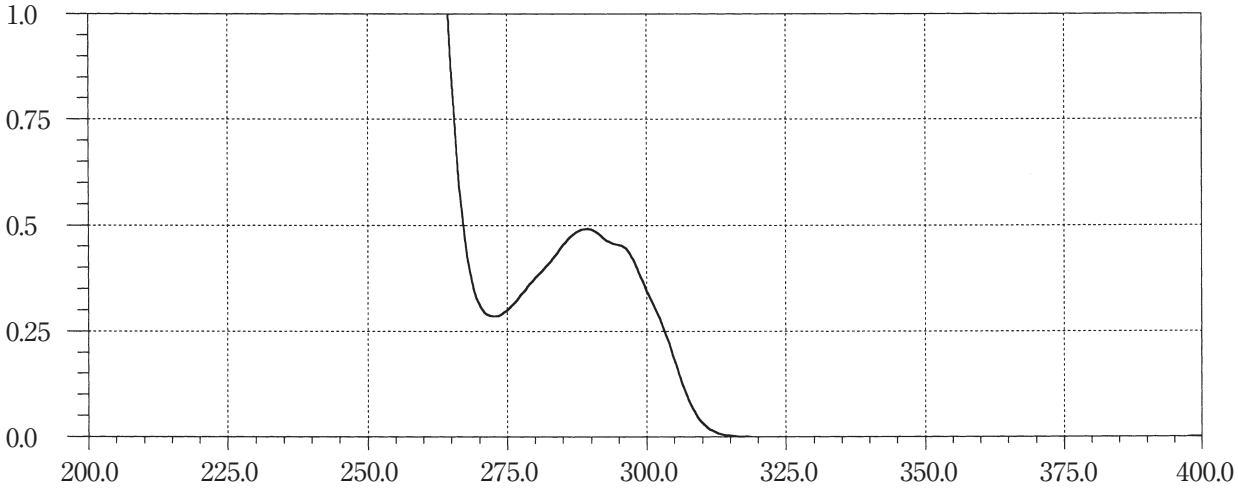
本品0.1g＋酢酸アンモニウム溶液(1→650)100mL,
この液1mLに酢酸アンモニウム溶液(1→650)を加えて100mL

インデノロール塩酸塩 1



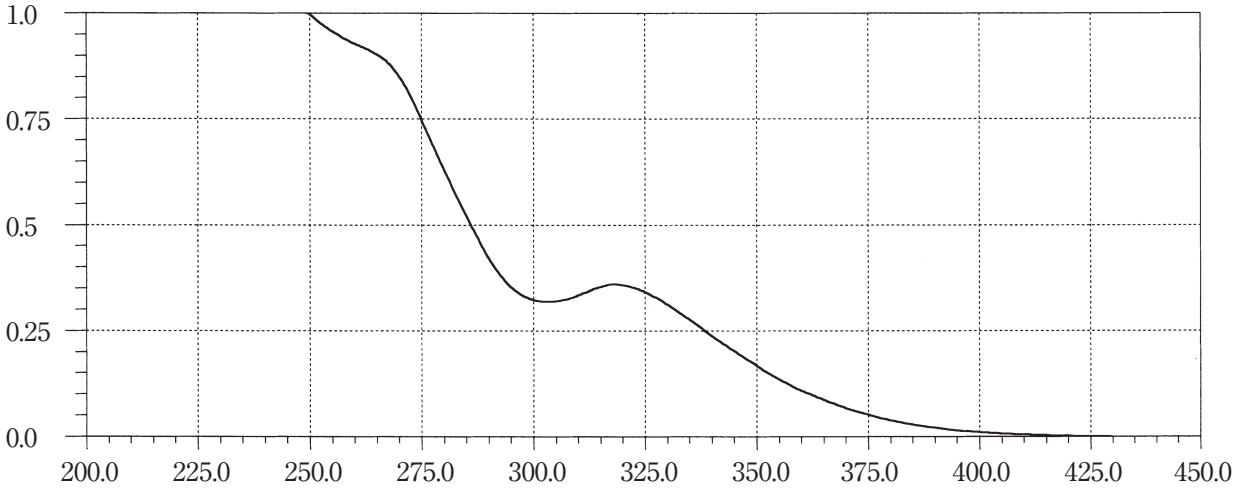
水溶液（1→50000）

インデノロール塩酸塩 2



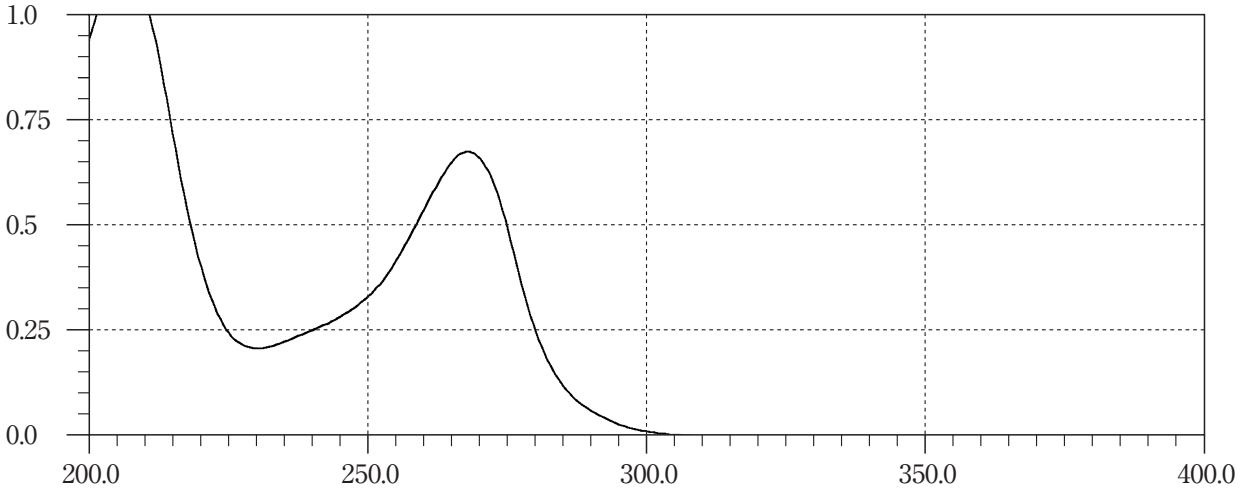
水溶液（1→10000）

インドメタシン



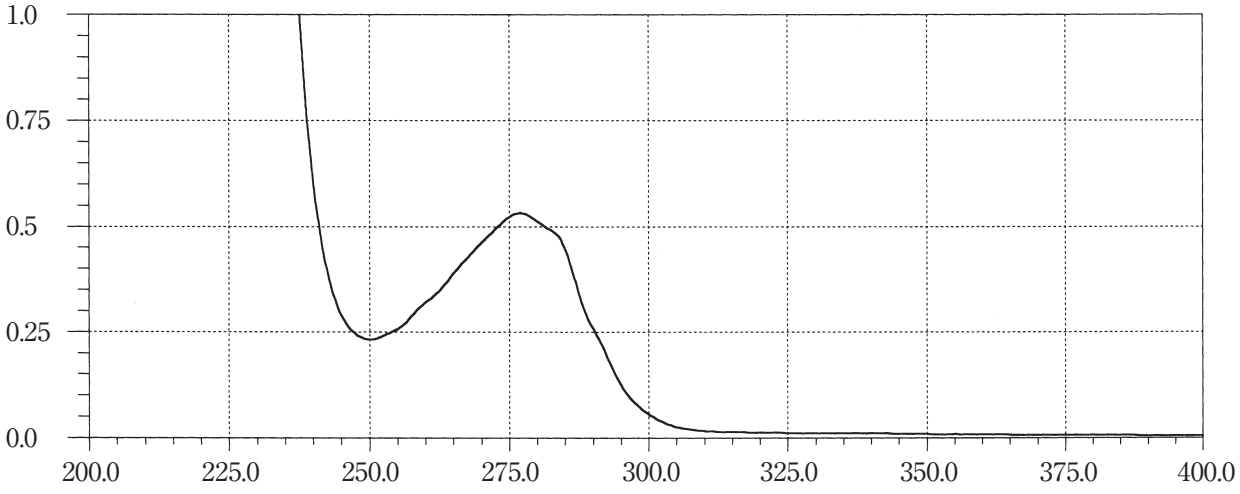
本品2mg＋メタノール100mL

ウラピジル



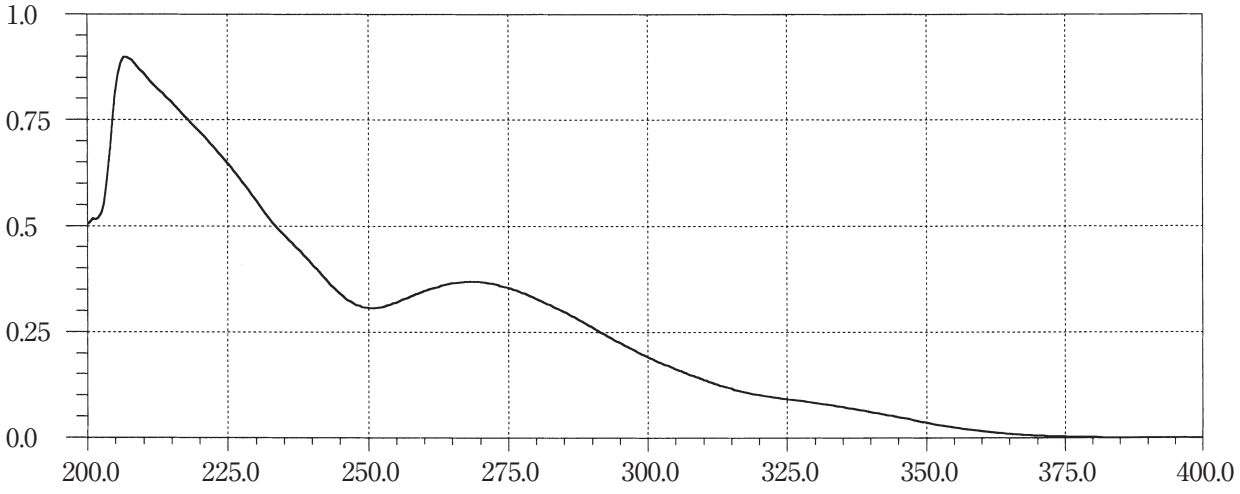
エタノール（95）溶液（1→100000）

ウリナスタチン



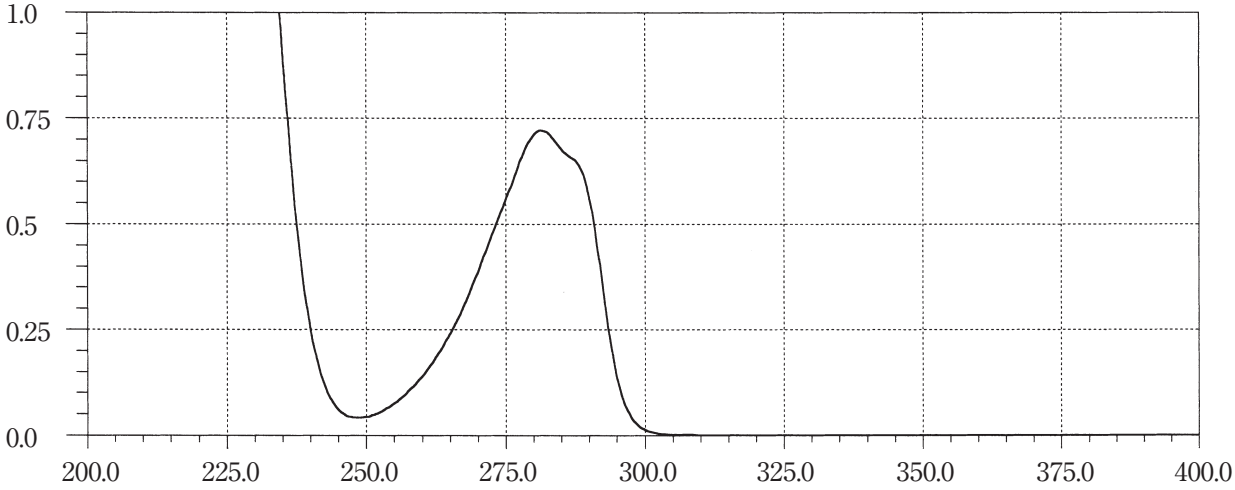
2000単位/mL水

エスタゾラム



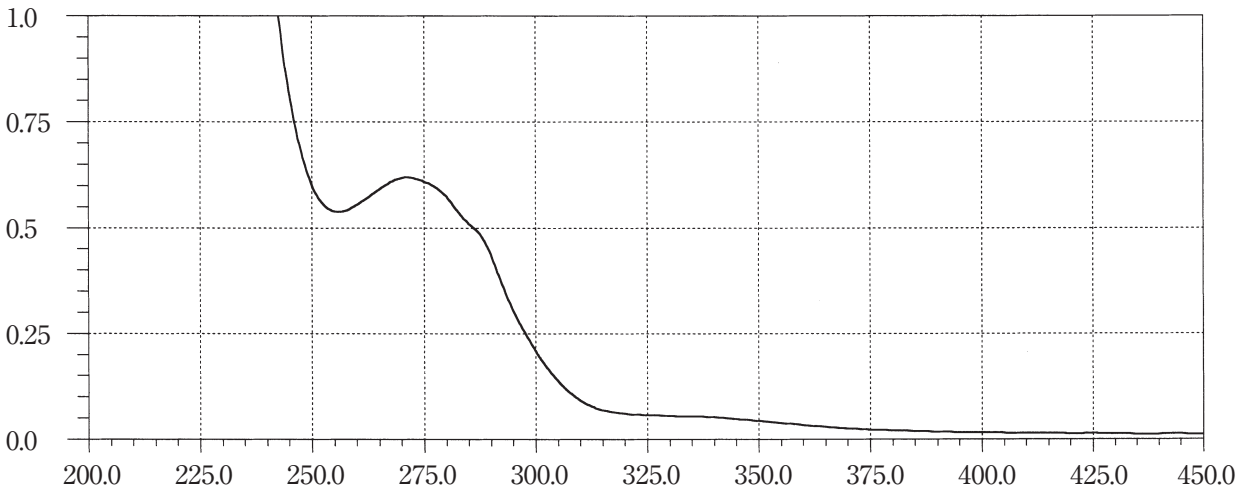
1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

エストリオール



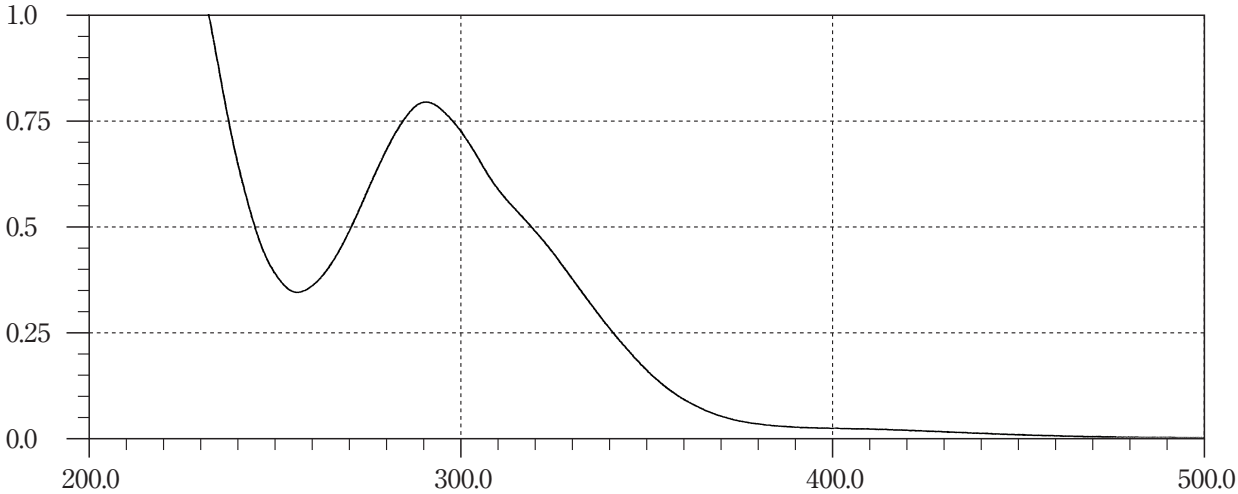
本品0.01g＋エタノール(95)100mL(加温)

エタクリン酸



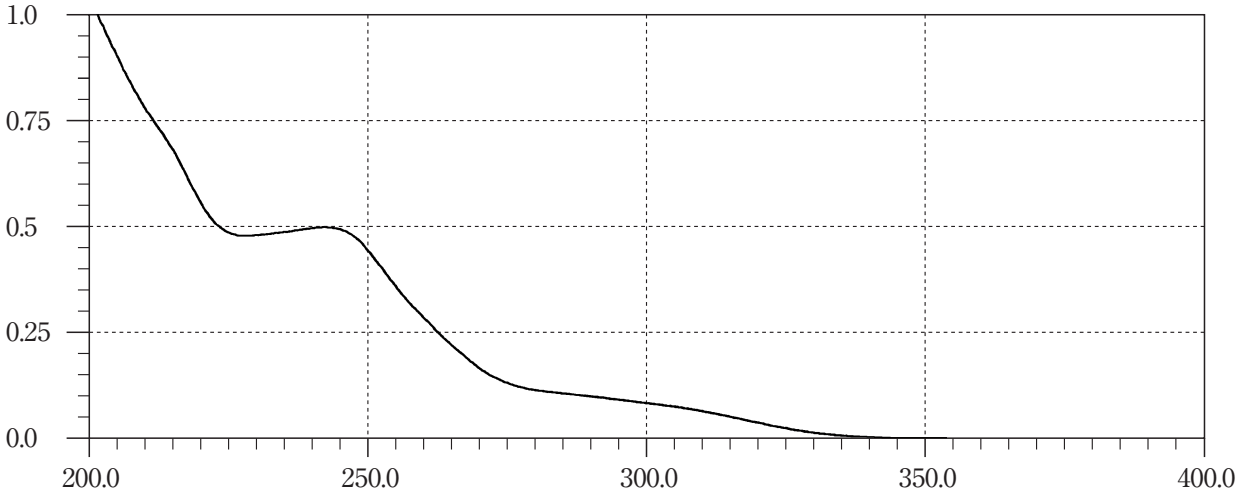
メタノール溶液(1→20000)

エチオナミド



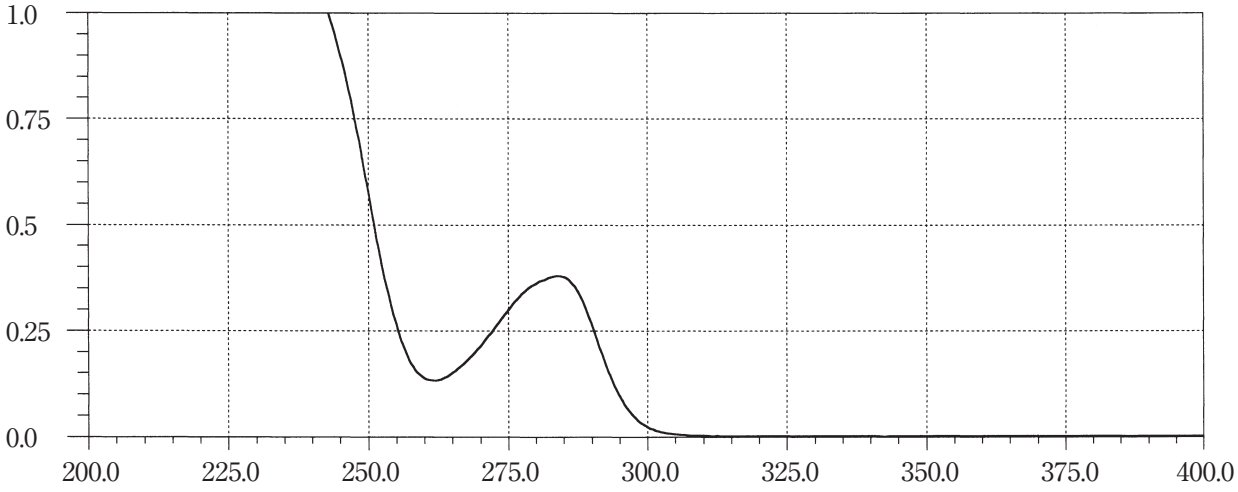
メタノール溶液(3→160000)

エチゾラム



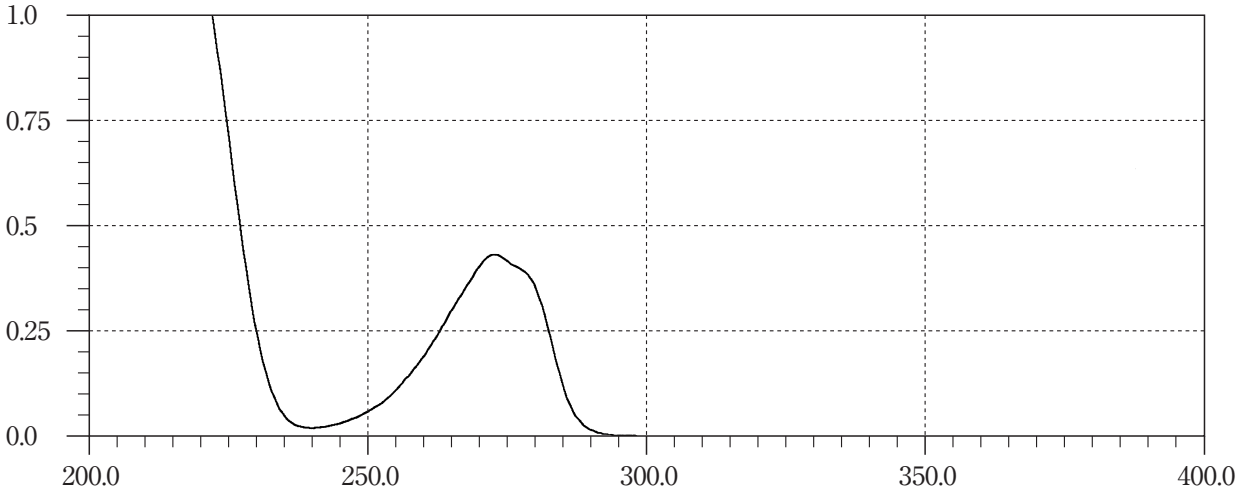
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

エチルモルヒネ塩酸塩水和物



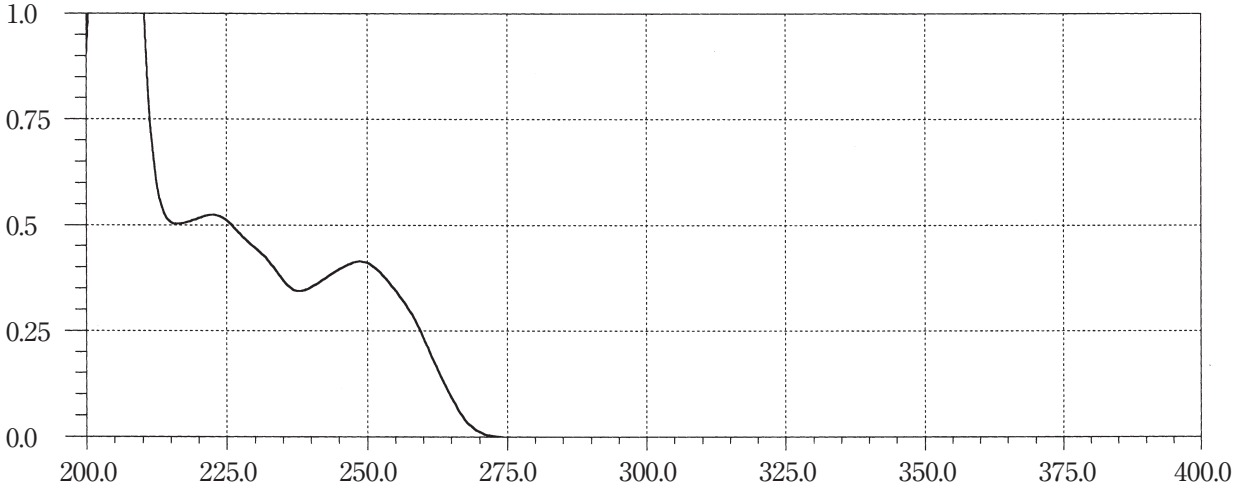
水溶液（1→10000）

エチレフリン塩酸塩



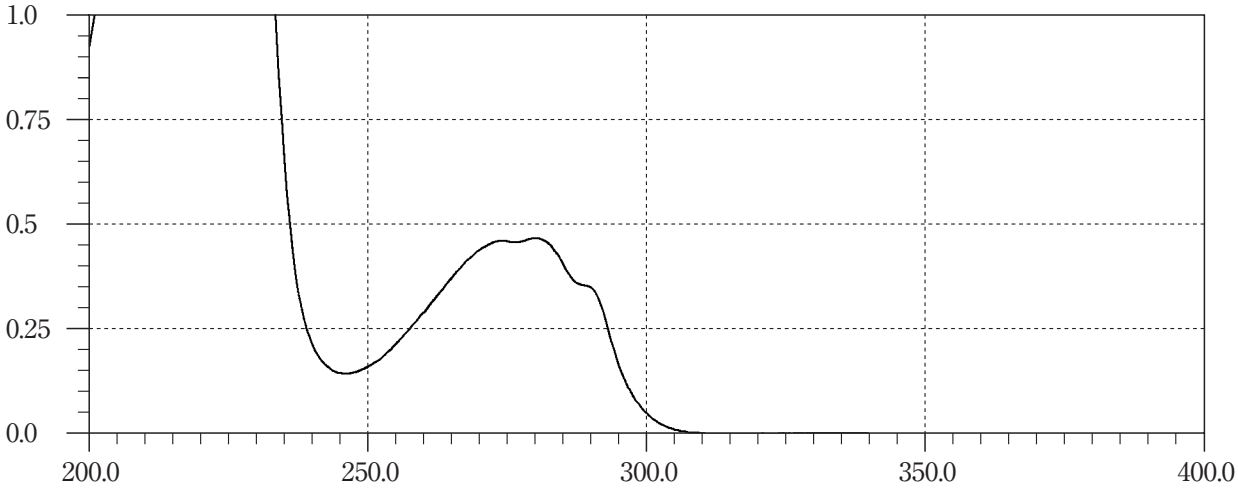
本品5mg＋薄めた塩酸（1→1000）100mL

エトスクシミド



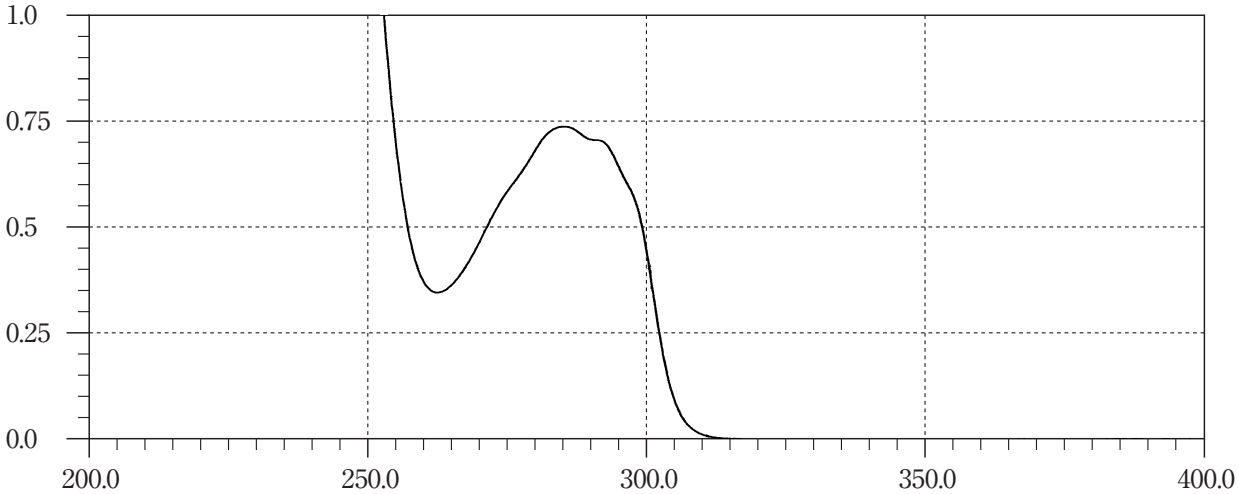
エタノール(95)溶液(1→2000)

エトドラク



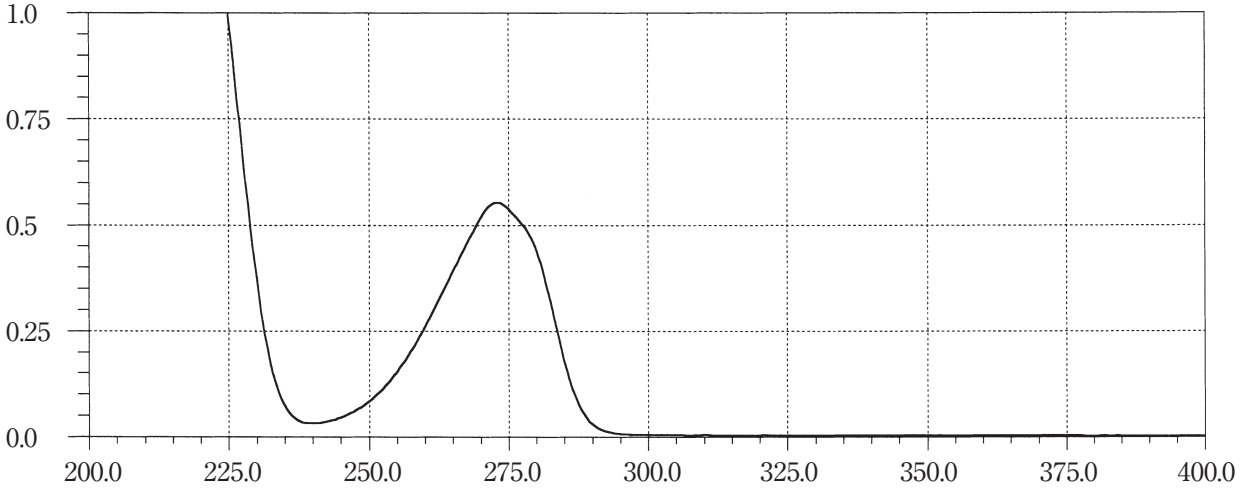
エタノール(99.5)溶液(3→200000)

エトポシド



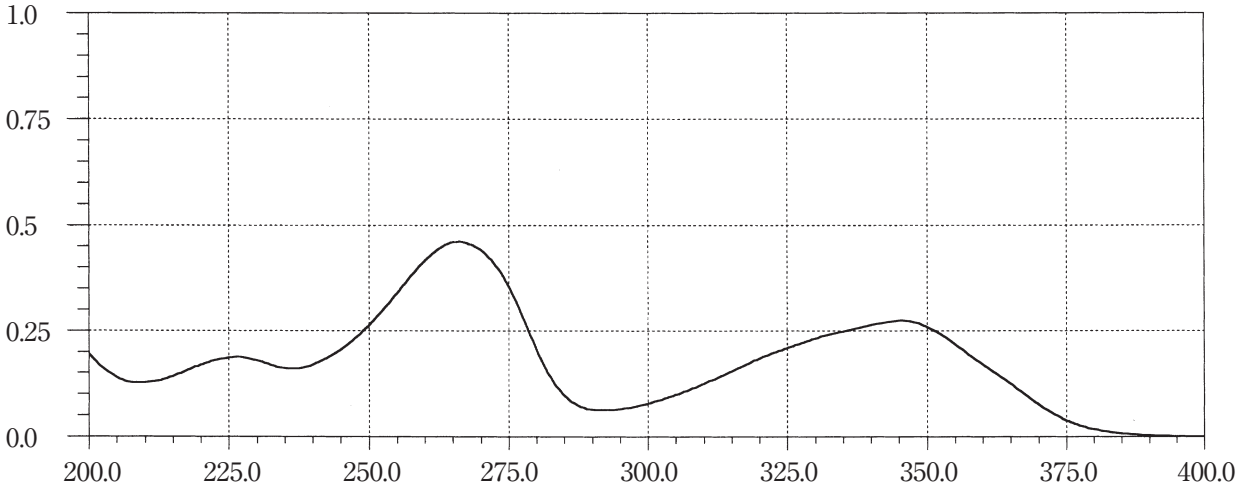
メタノール溶液(1→10000)

エドロホニウム塩化物



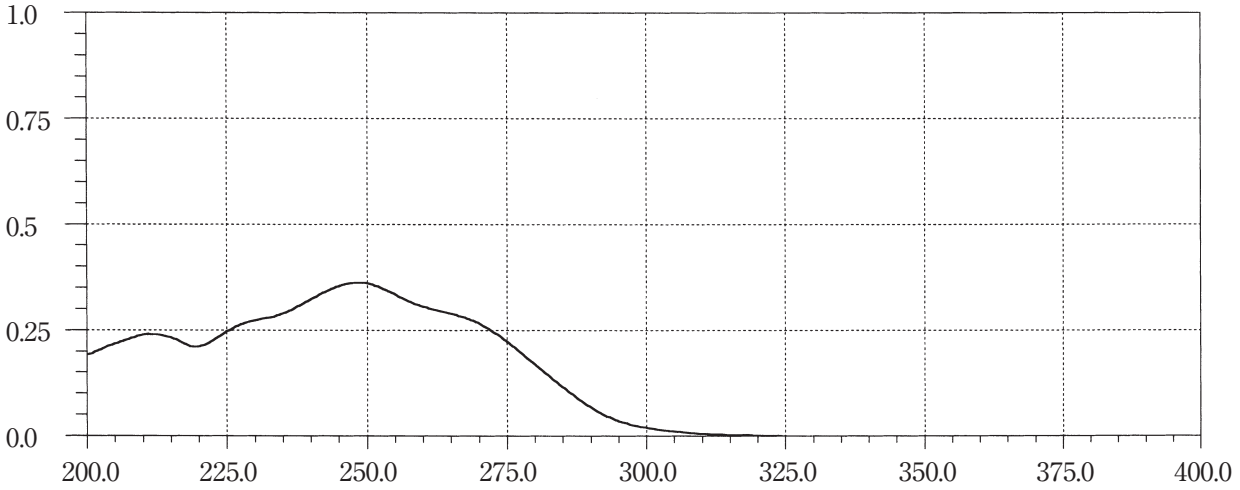
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→20000）

エノキサシン水和物



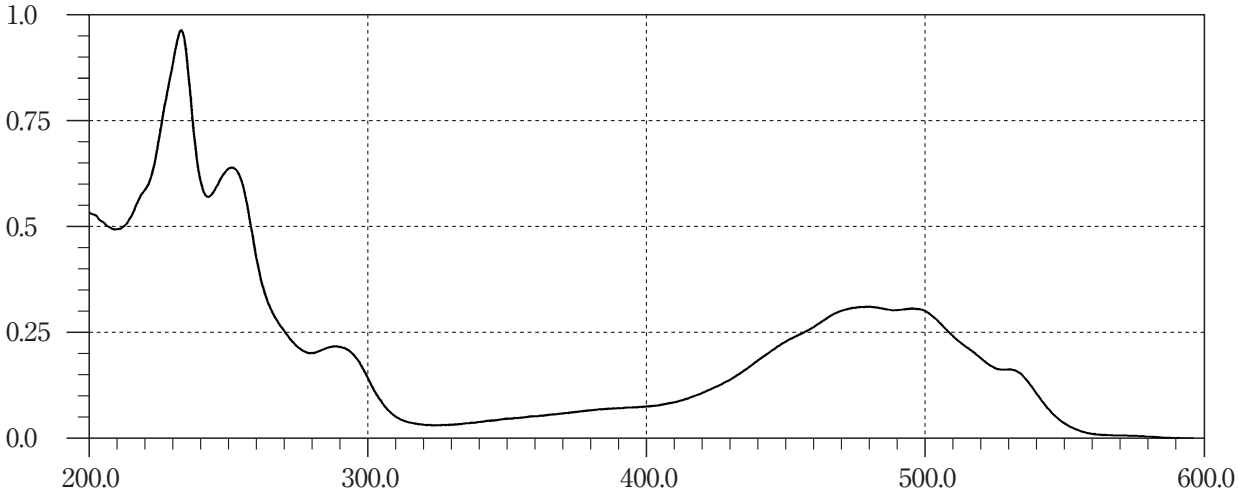
希水酸化ナトリウム試液溶液（1→2000），この液1mLに水を加えて100mL

エピリゾール



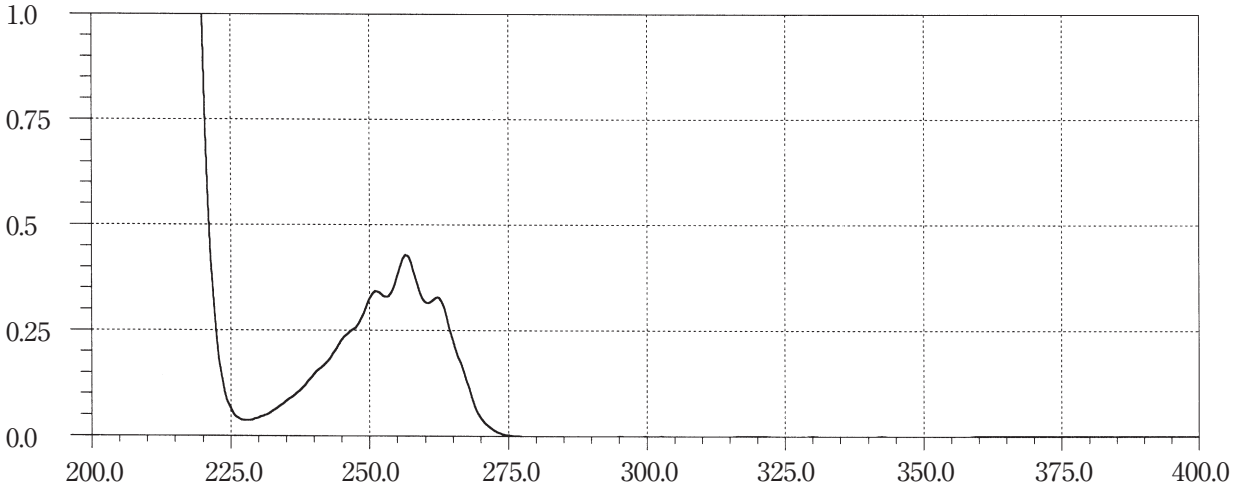
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→200000）

エピルビシン塩酸塩



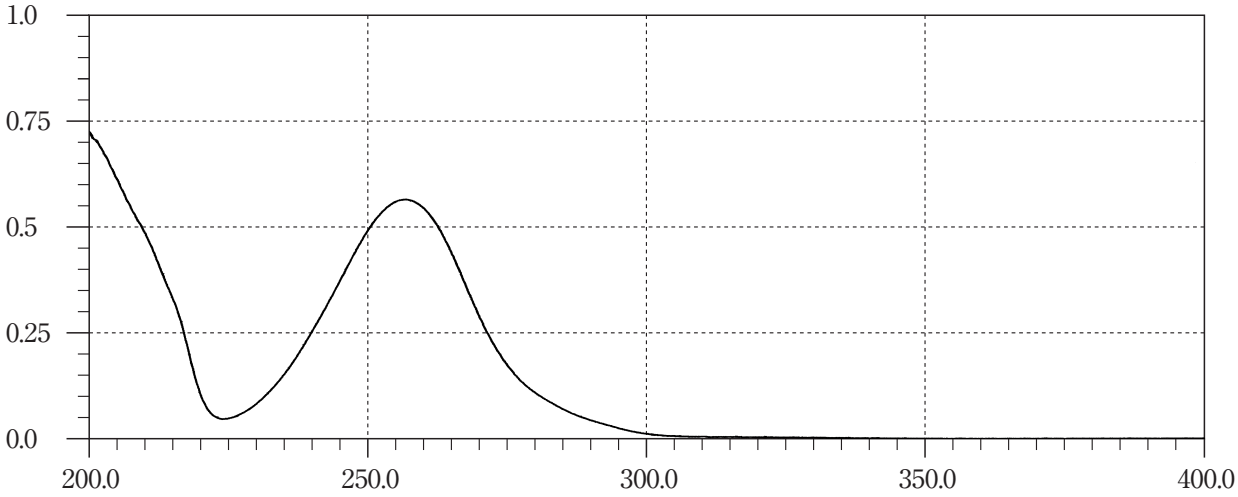
メタノール溶液（3→200000）

エフェドリン塩酸塩



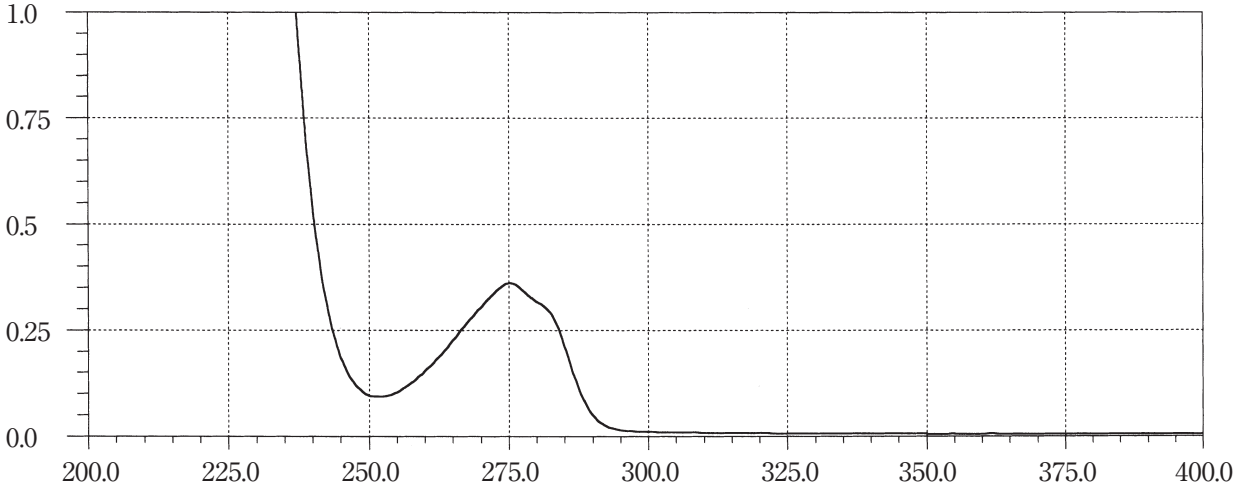
水溶液（1→2000）

エペリゾン塩酸塩



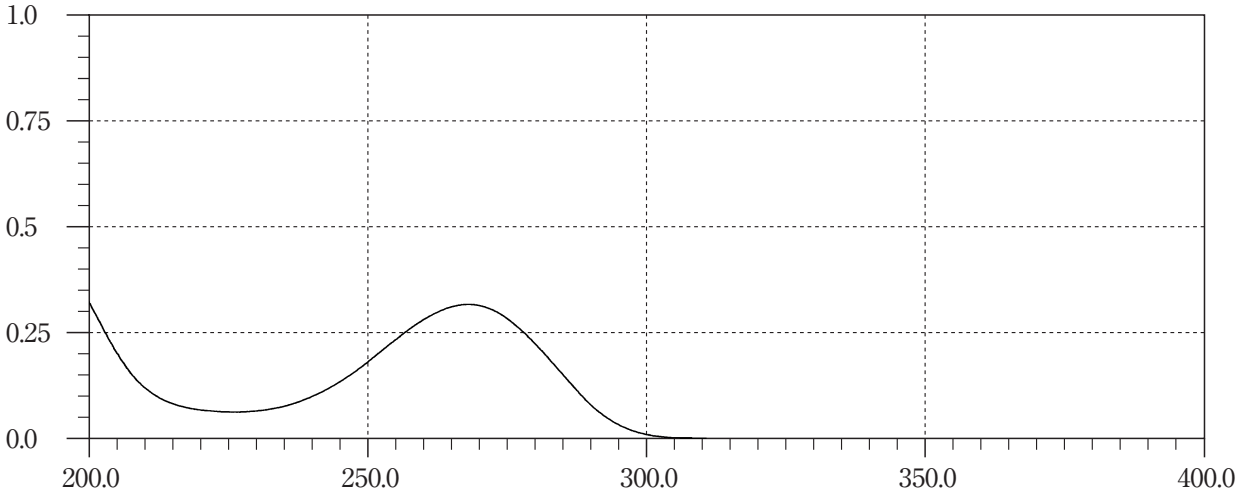
メタノール溶液（1→100000）

エルカトニン



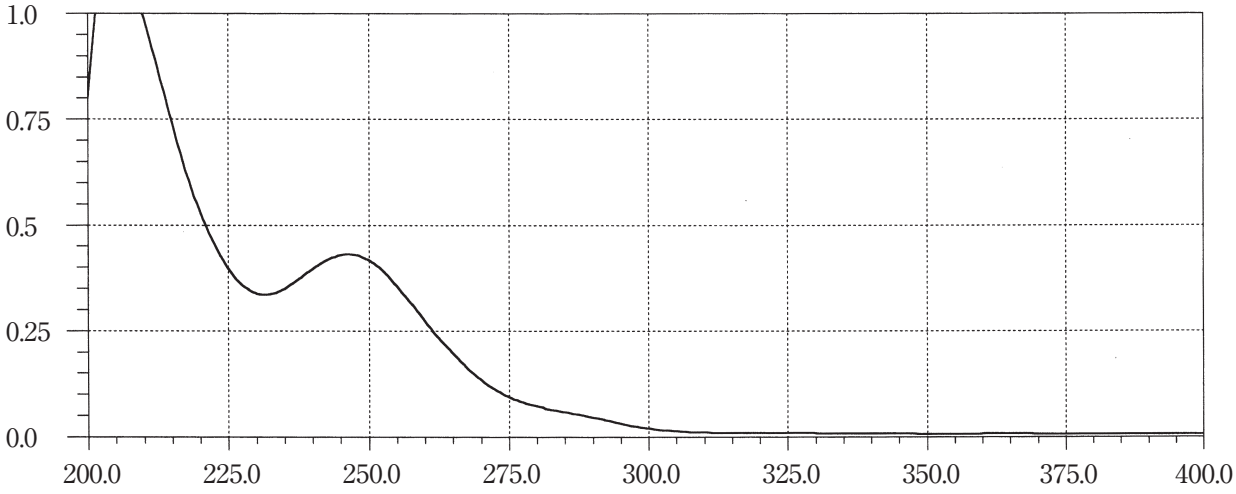
本品5mg＋水5mL

エンビオマイシン硫酸塩



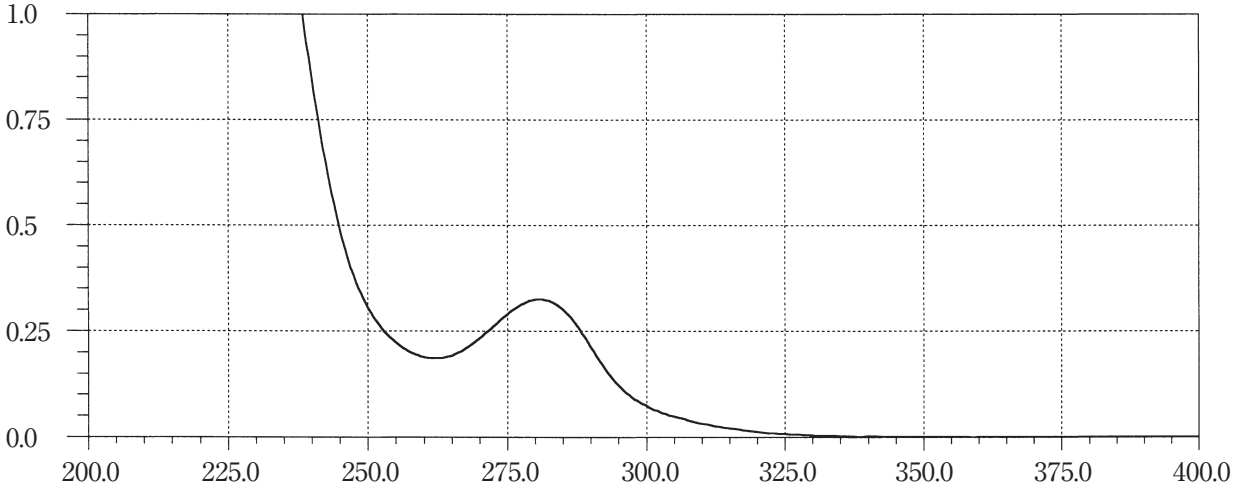
水溶液（1→100000）

オキサゾラム



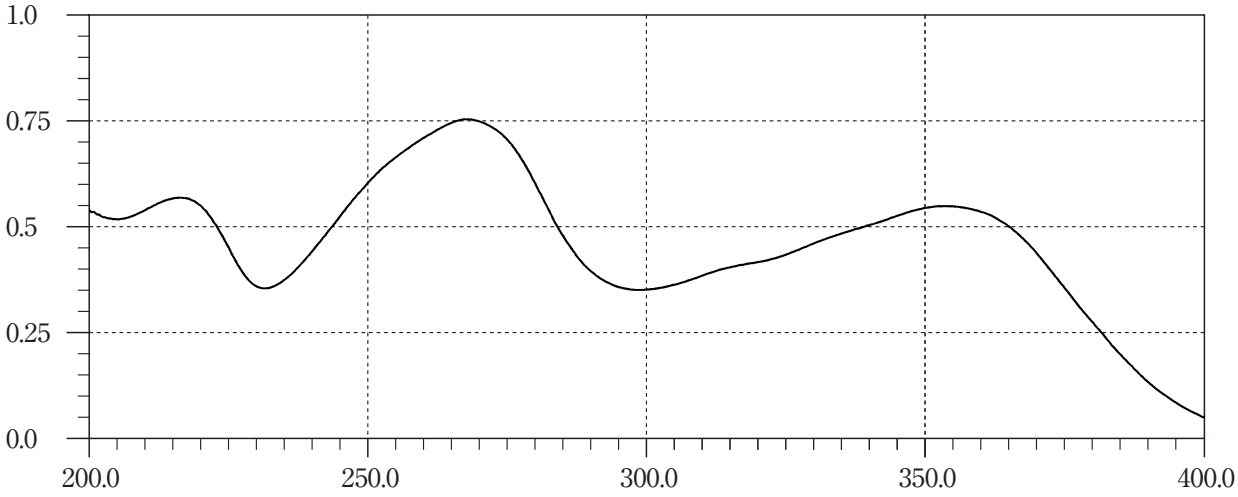
エタノール（95）溶液（1→100000）

オキシコドン塩酸塩水和物



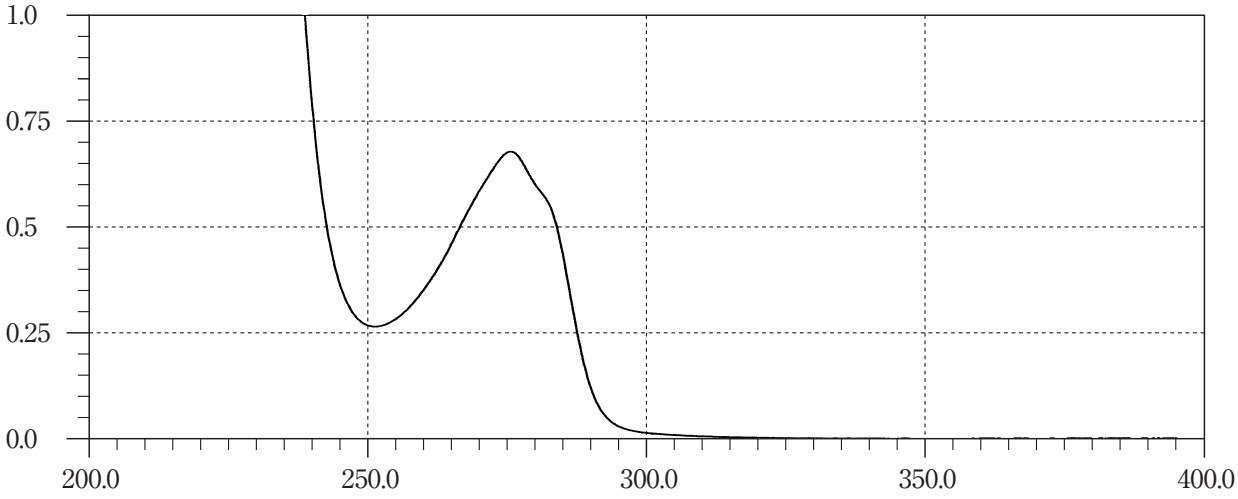
水溶液（1→10000）

オキシテトラサイクリン塩酸塩



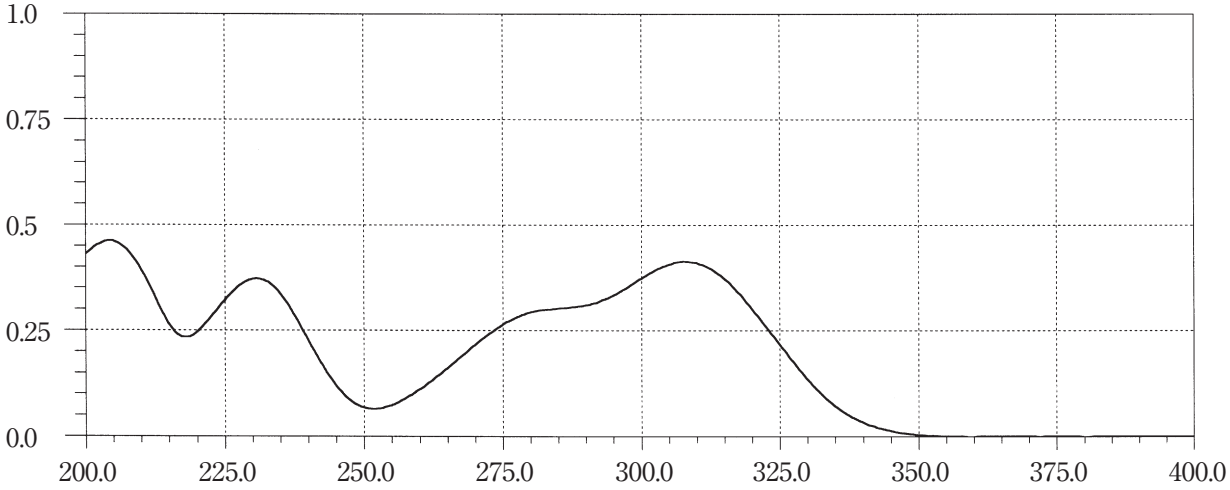
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

オキシトシン



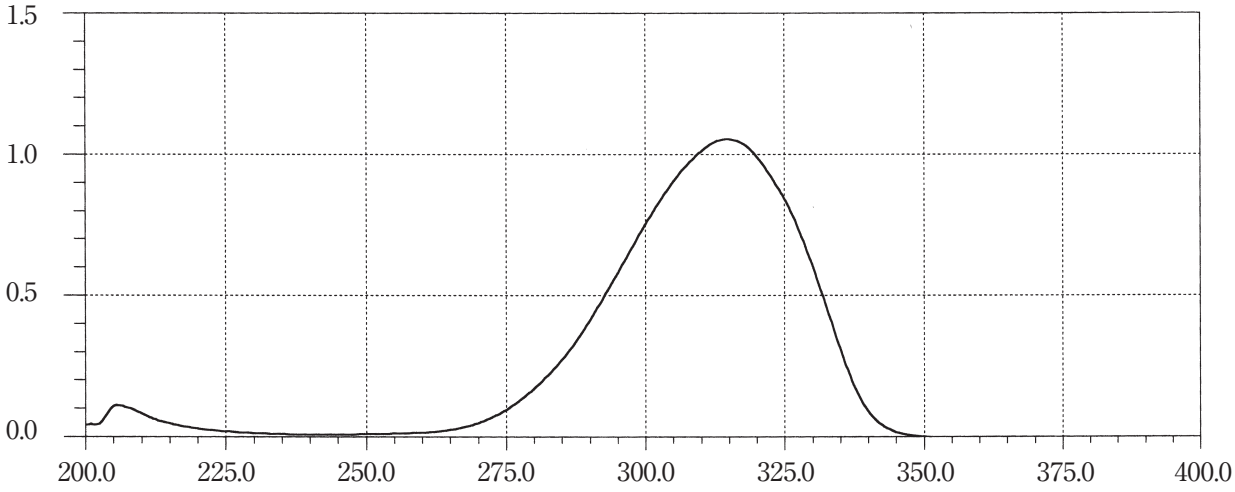
水溶液（1→2000）

オキシブプロカイン塩酸塩



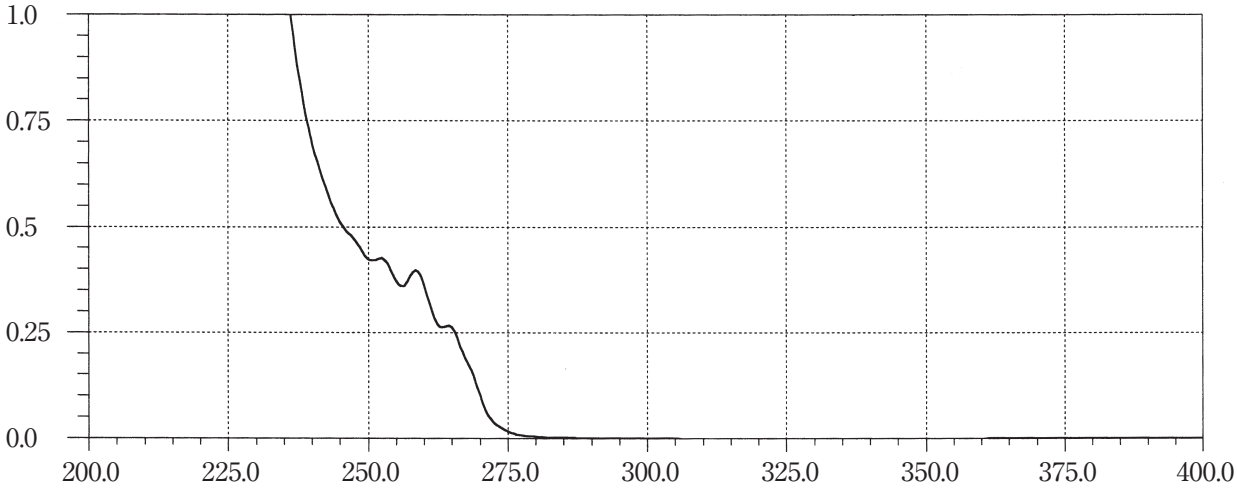
水溶液（1→100000）

オキシメトロン



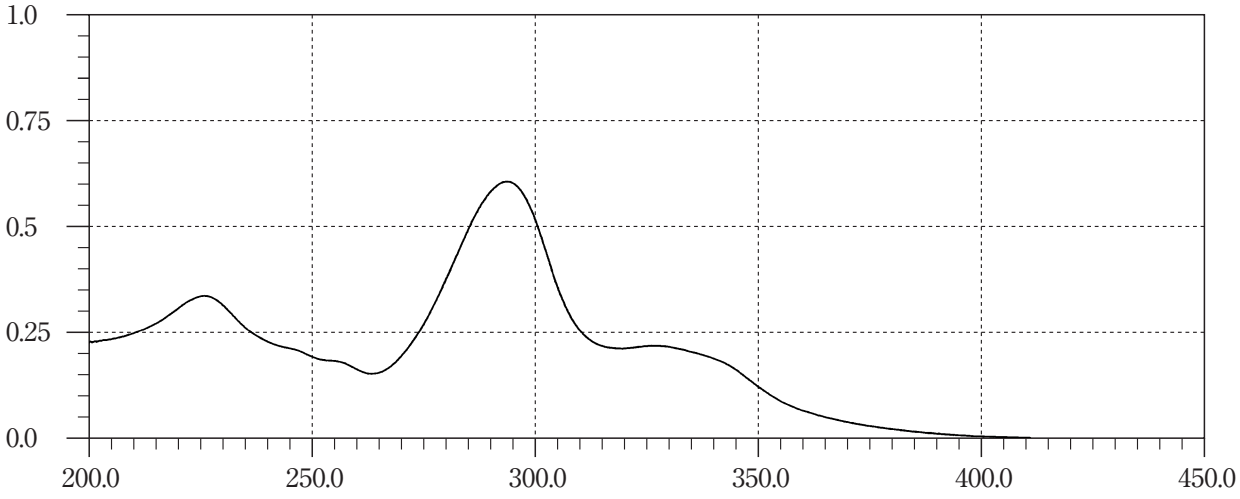
メタノール溶液（1→5000），
この液5mL＋水酸化ナトリウム・メタノール試液5mL＋メタノールを加えて50mL

オキセサゼイン



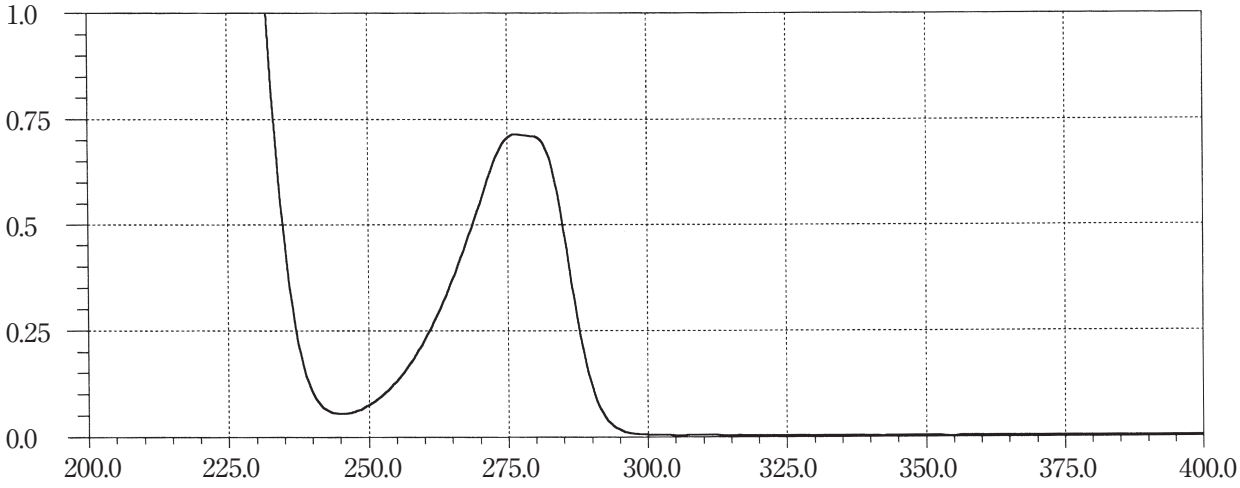
エタノール（95）溶液（1→2500）

オフロキサシン



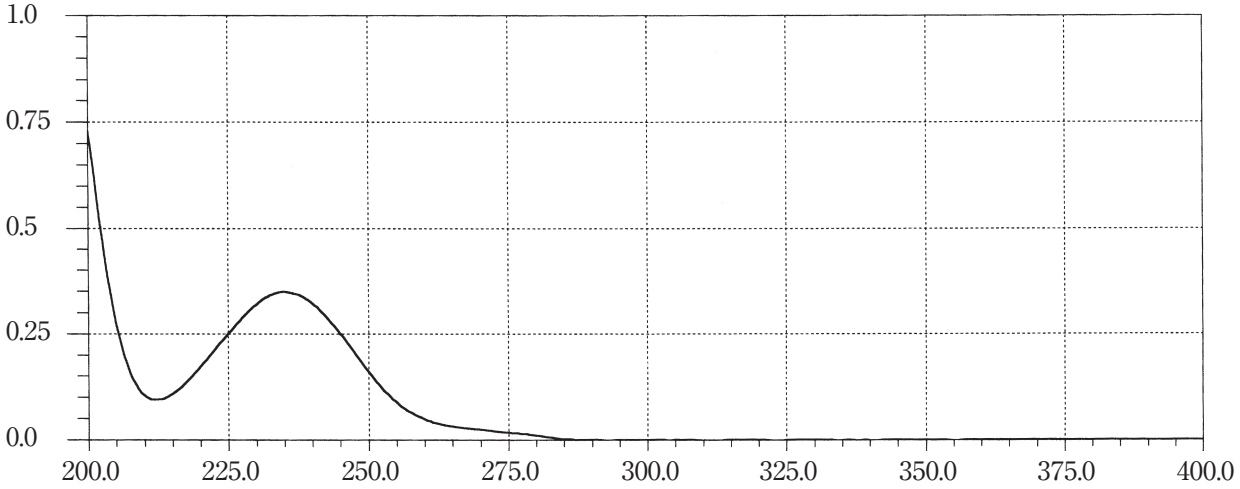
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→150000）

オルシプレナリン硫酸塩



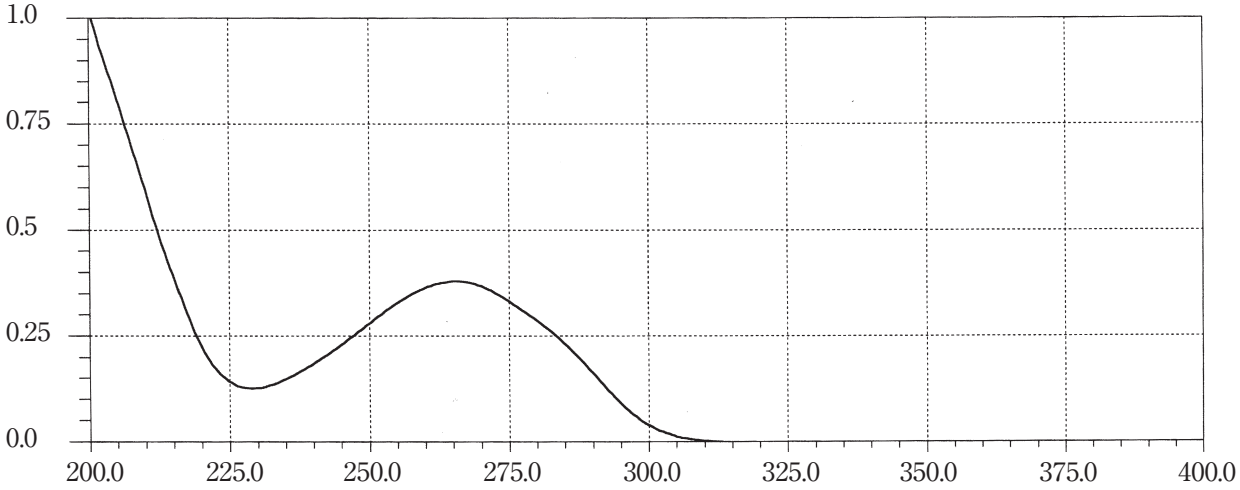
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

ガベキサートメシル酸塩



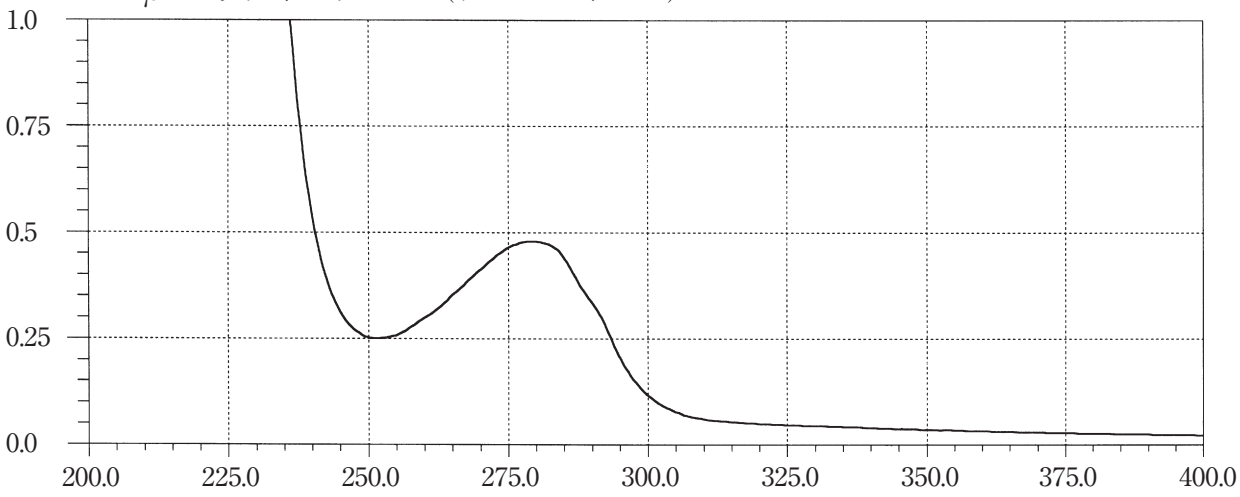
水溶液（1→100000）

カモスタットメシル酸塩



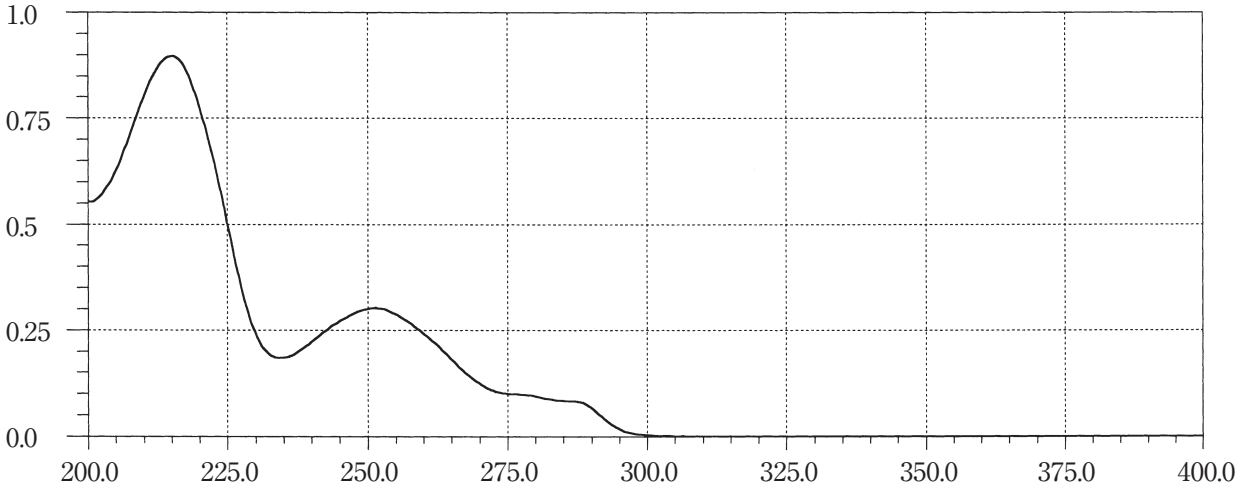
水溶液（1→100000）

β-ガラクトシダーゼ（アスペルギルス）



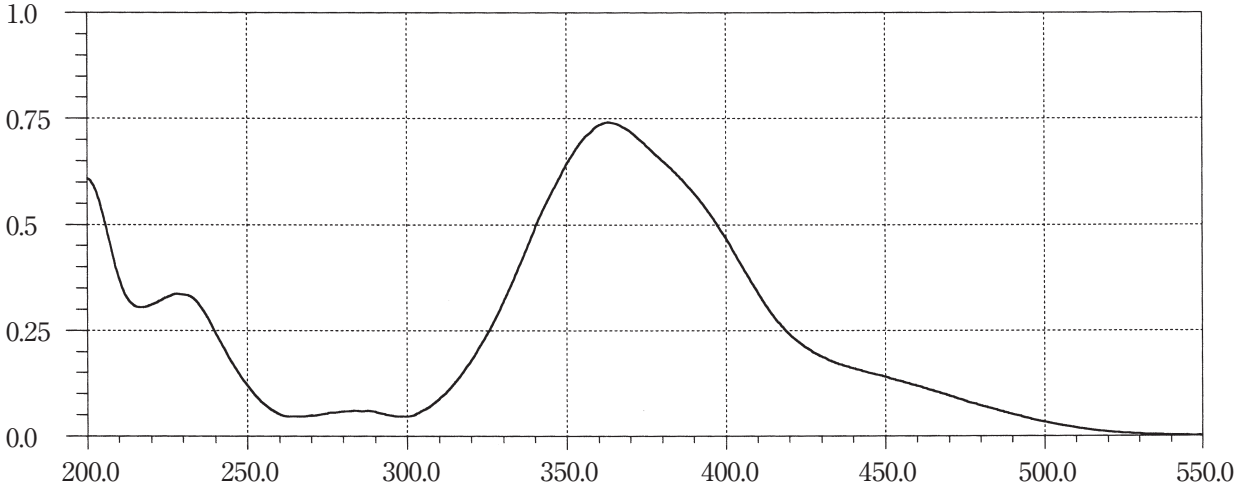
本品0.1g＋水100mL（必要に応じ，ろ過）

カルテオロール塩酸塩



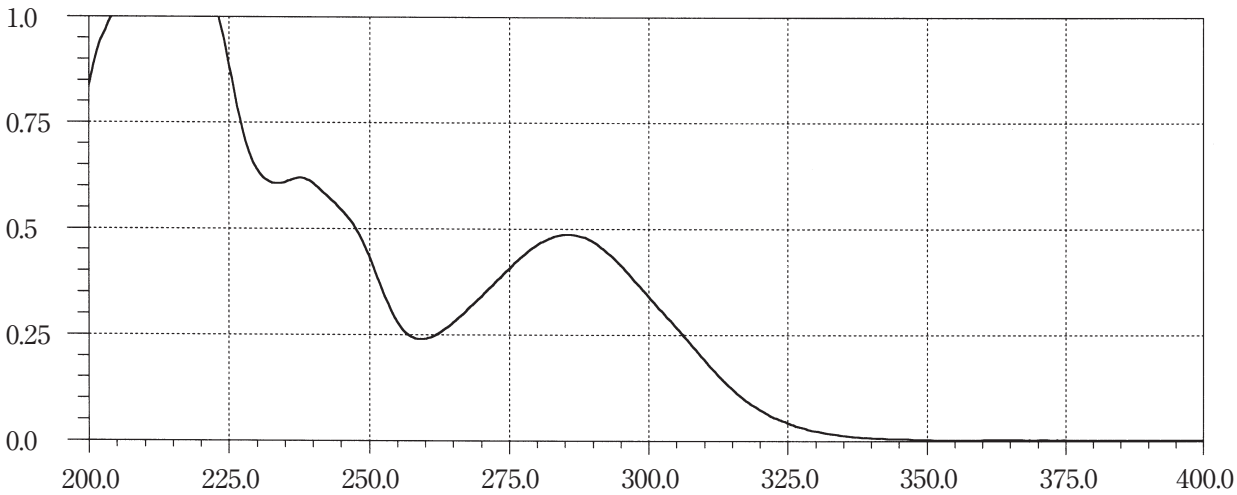
水溶液（1→100000）

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物



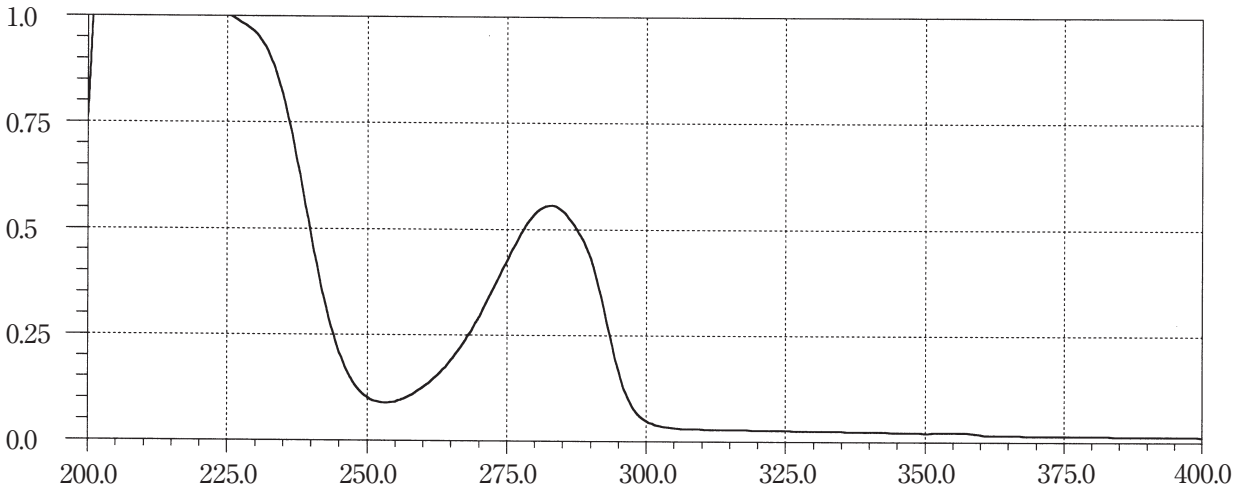
水溶液（1→100000）

カルバマゼピン



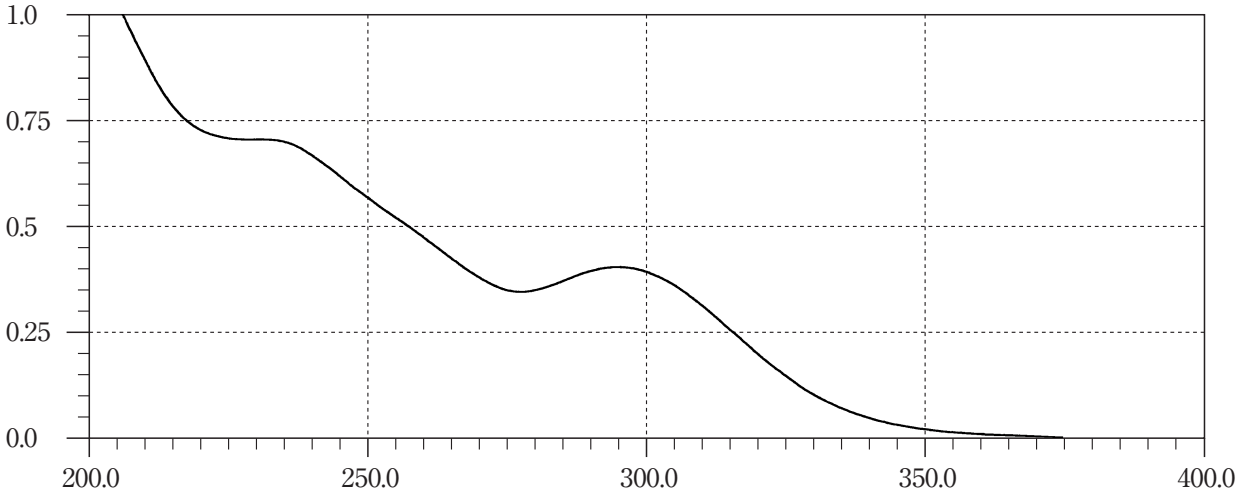
定量法で得た液

カルビドパ水和物



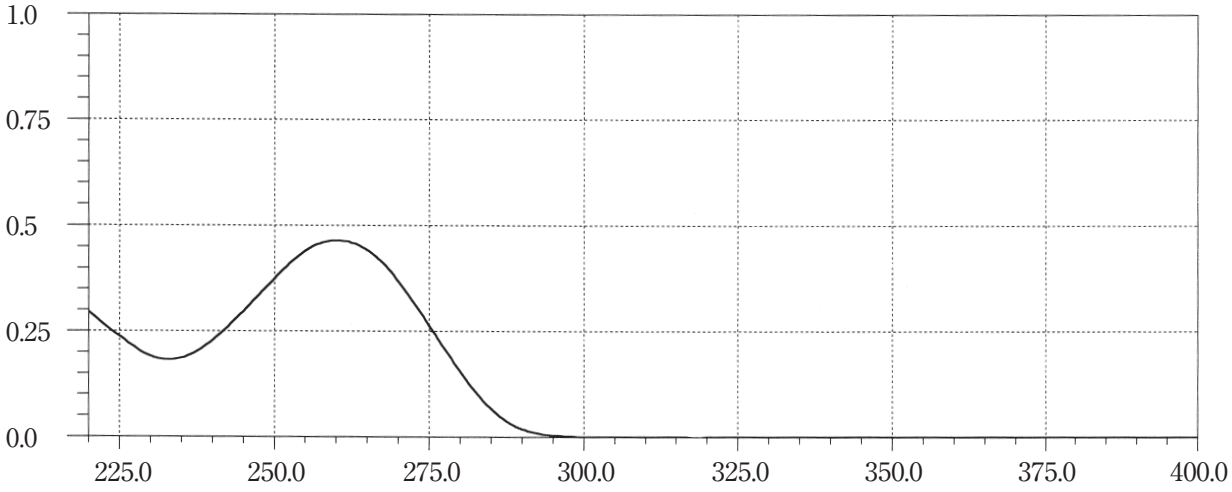
本品0.01g＋塩酸のメタノール溶液（9→1000）250mL

カルモナムナトリウム



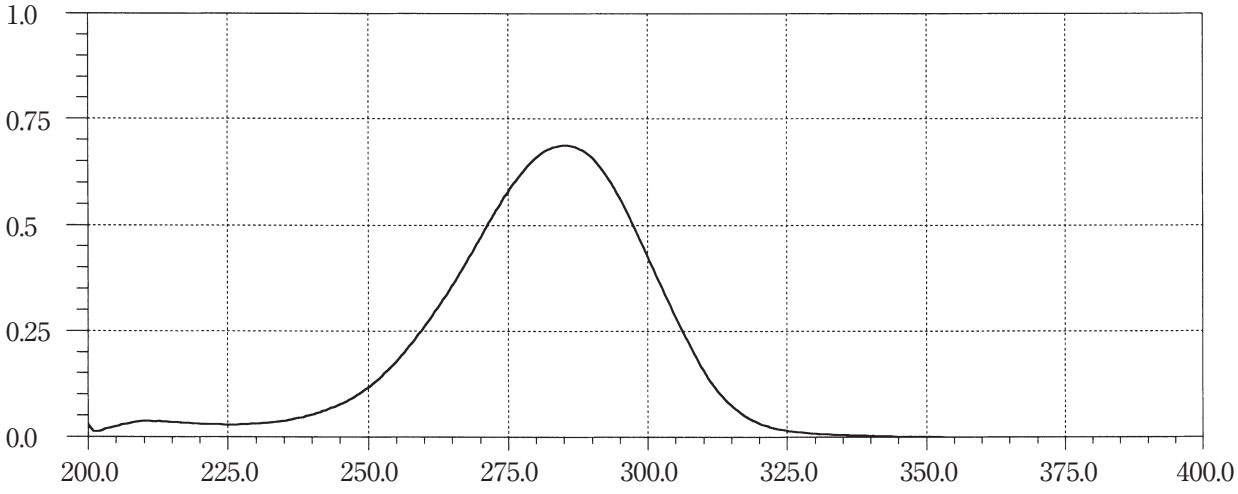
水溶液（3→100000）

カルモフール



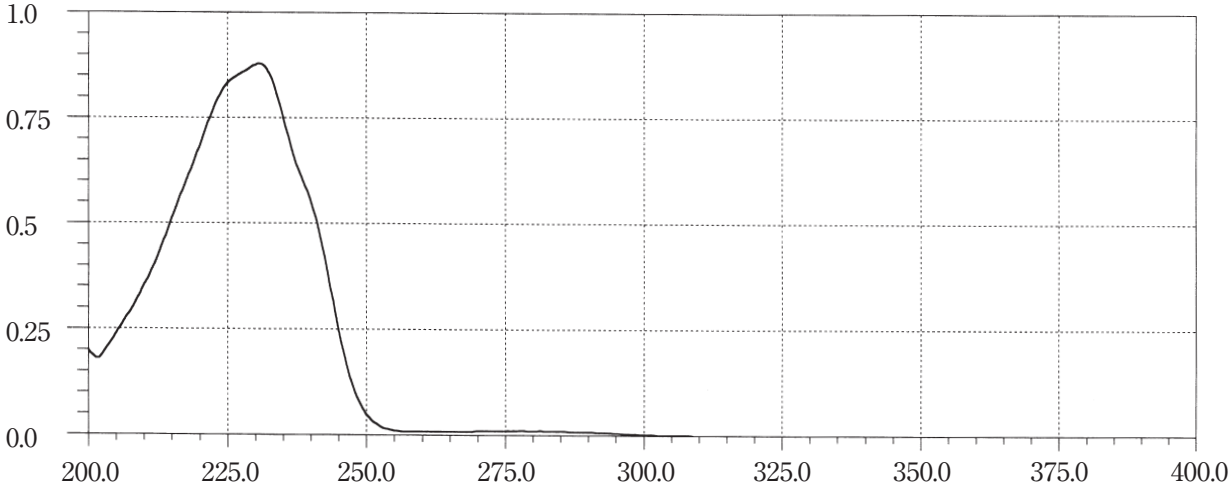
メタノール/pH2.0のリン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液混液（9：1）溶液（1→100000）

カンレノ酸カリウム



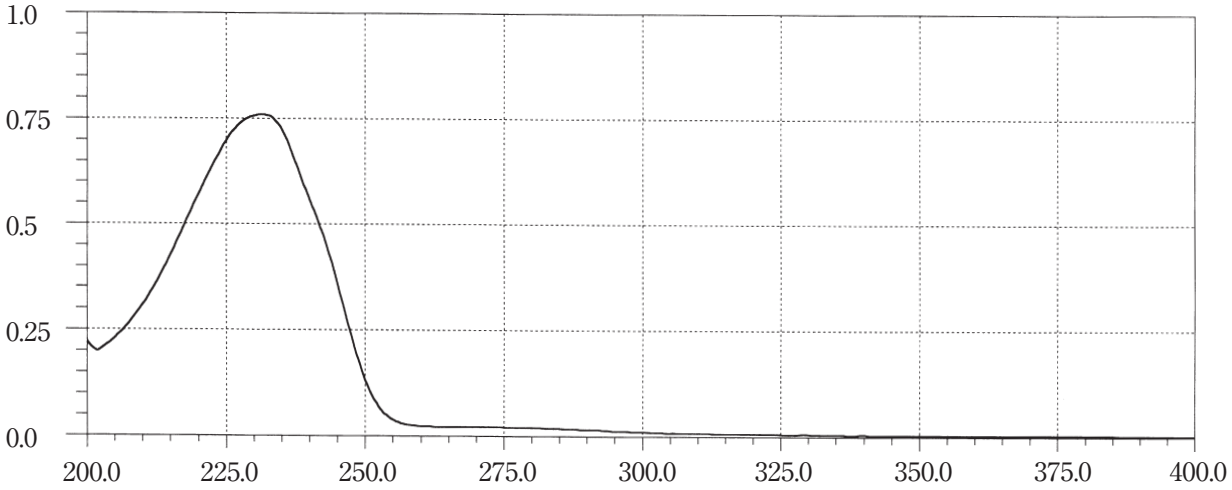
メタノール溶液（1→100000）

キタサマイシン



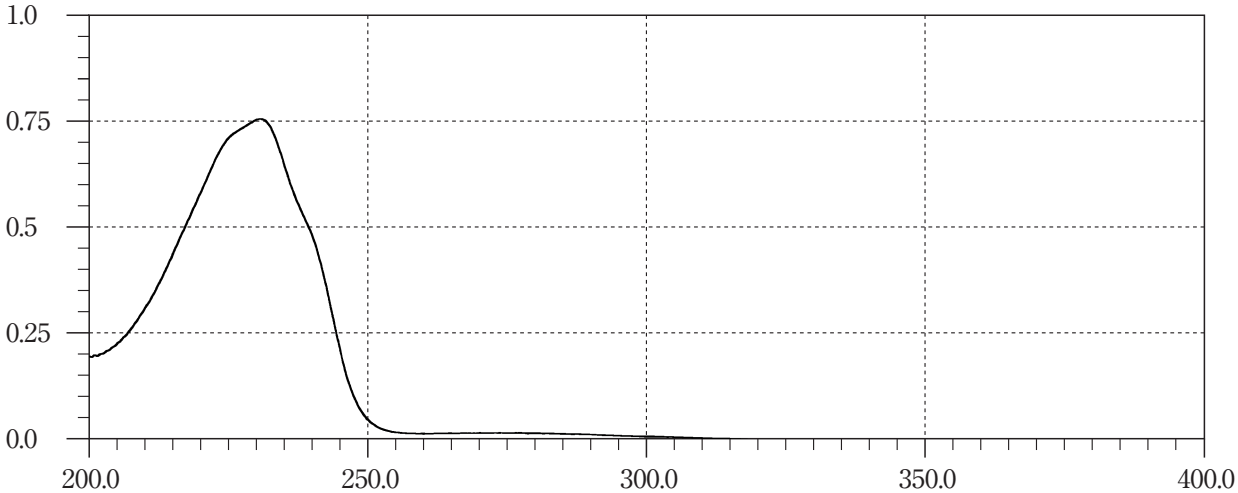
メタノール溶液(1→40000)

キタサマイシン酢酸エステル



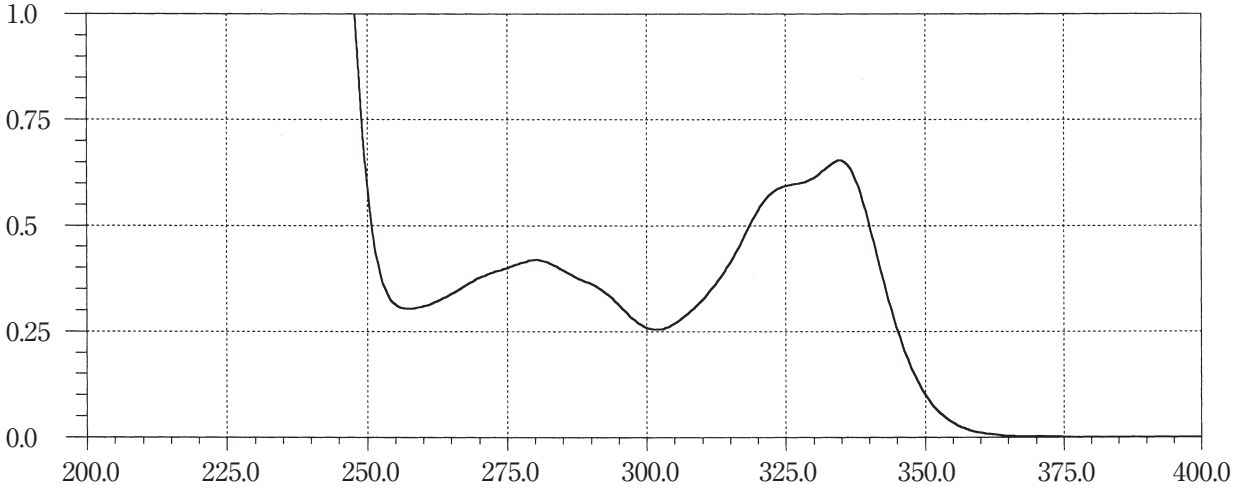
メタノール溶液(1→40000)

キタサマイシン酒石酸塩



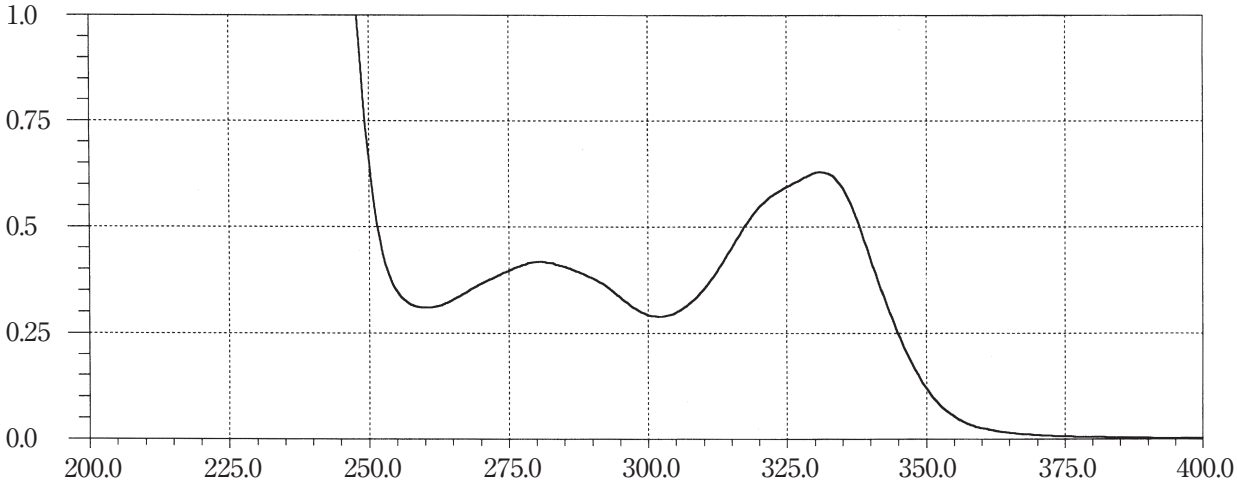
メタノール溶液(1→40000)

キニーネエチル炭酸エステル



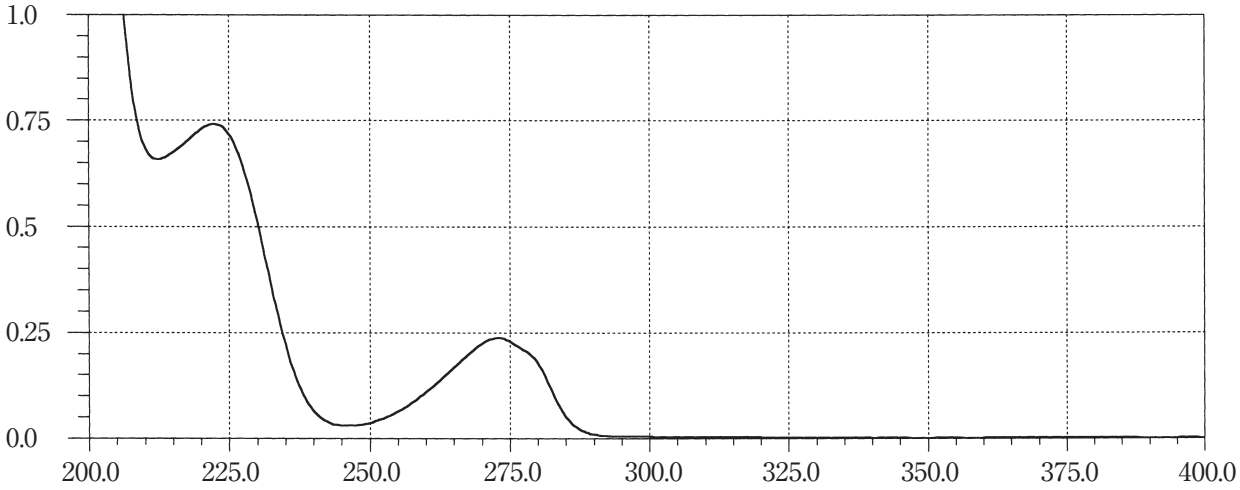
メタノール溶液（1→20000）

キニーネ硫酸塩水和物



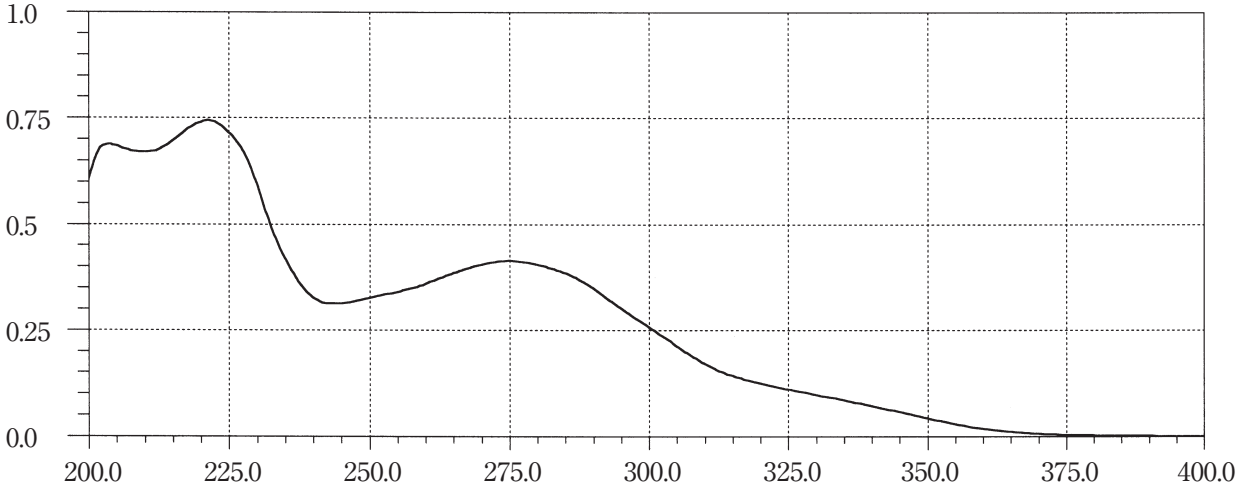
水溶液（1→20000）

グアイフェネシン



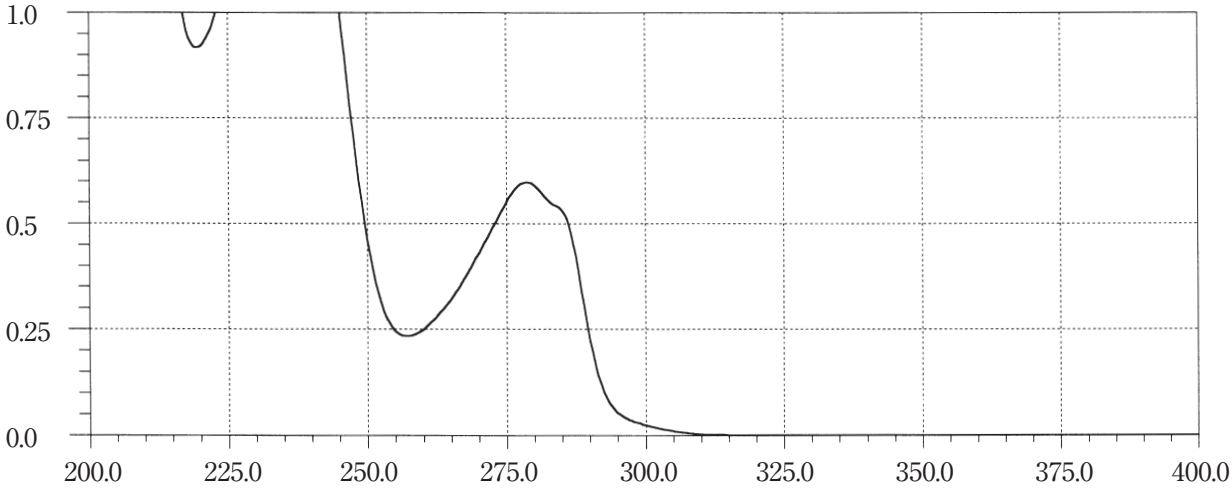
水溶液（1→50000）

グアナベンズ酢酸塩



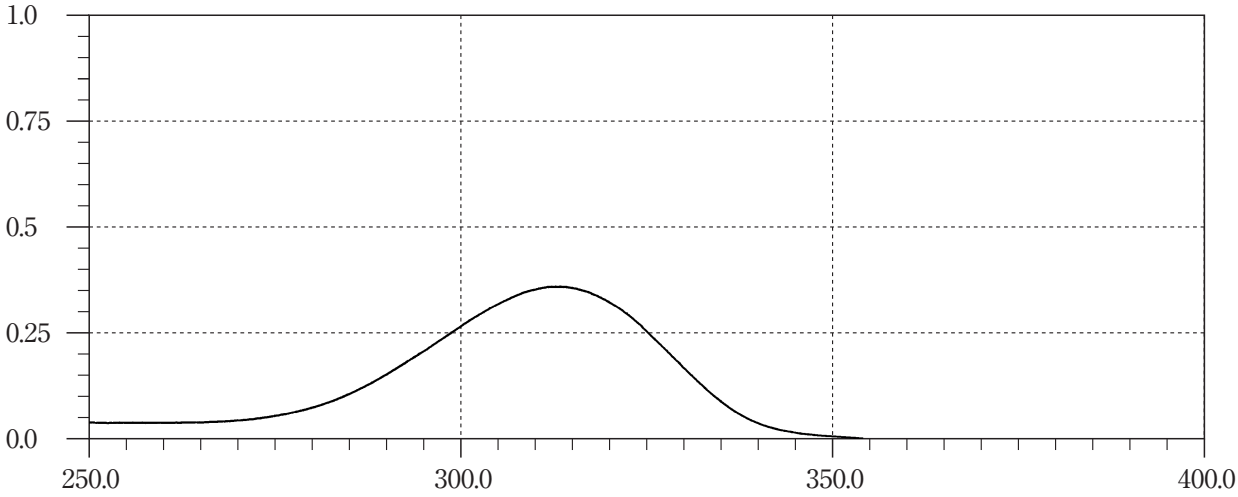
メタノール溶液(1→100000)

グアヤコールスルホン酸カリウム



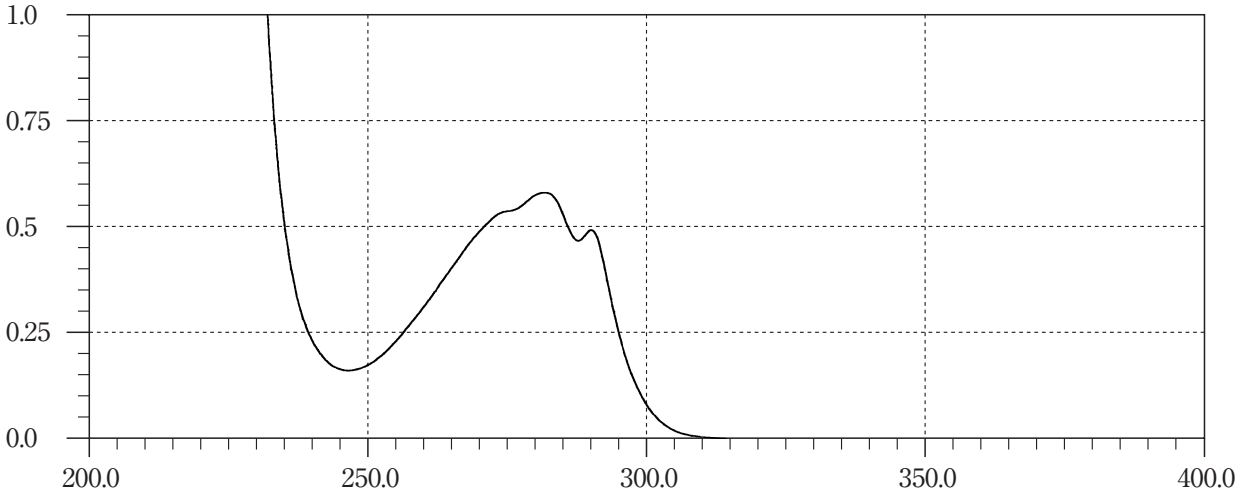
水溶液(1→2000)，この液10mLにpH7.0のリン酸塩緩衝液を加えて100mL

クラブラン酸カリウム



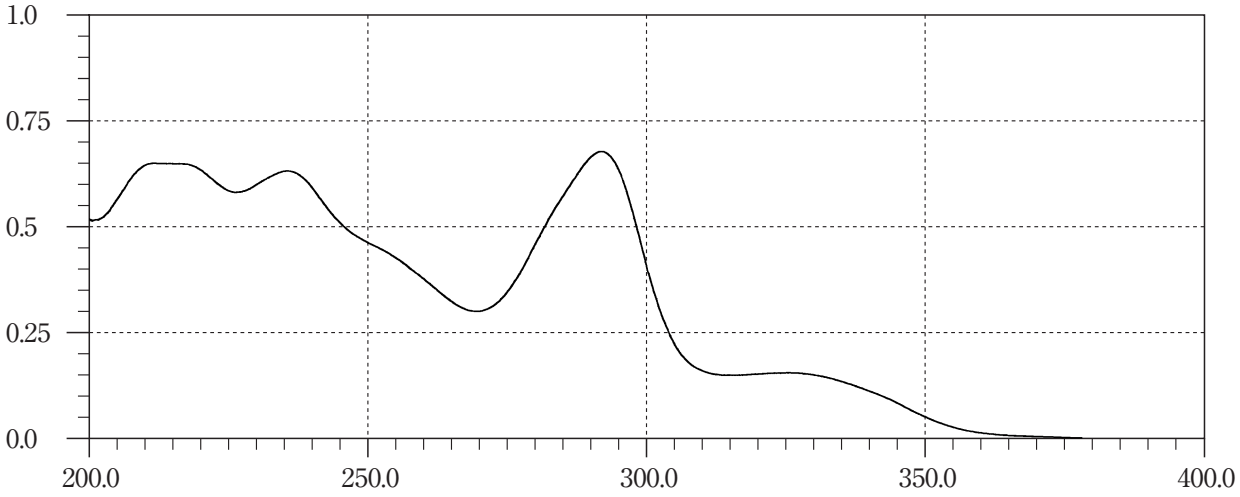
水溶液(1→50000)，この液1mL＋イミダゾール試液5mL(30℃の水溶中で12分間加温)

グラミシジン



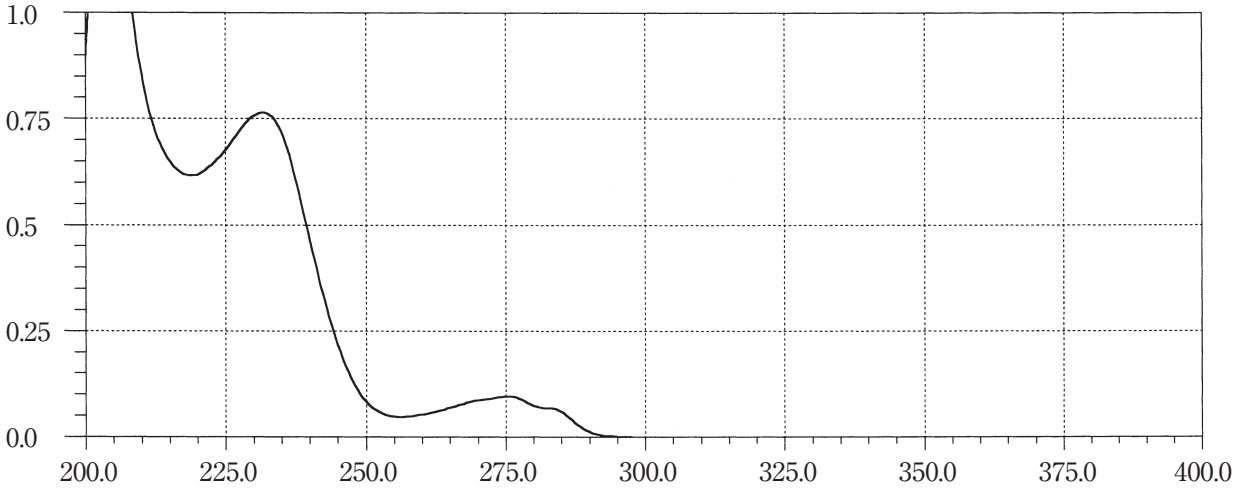
エタノール(95)溶液(1→20000)

グリセオフルビン



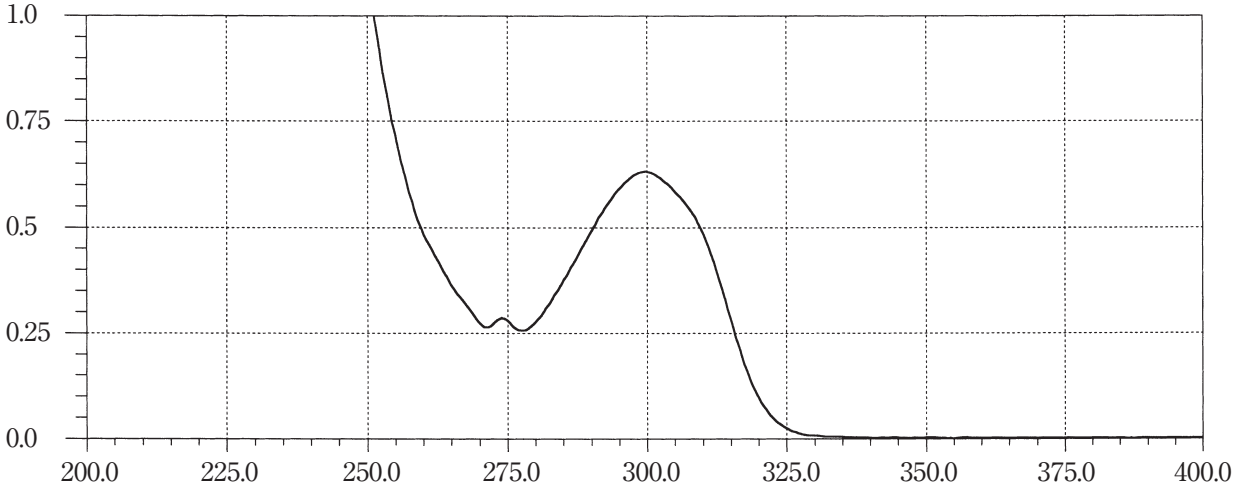
エタノール(95)溶液(1→100000)

クリノフィブラート



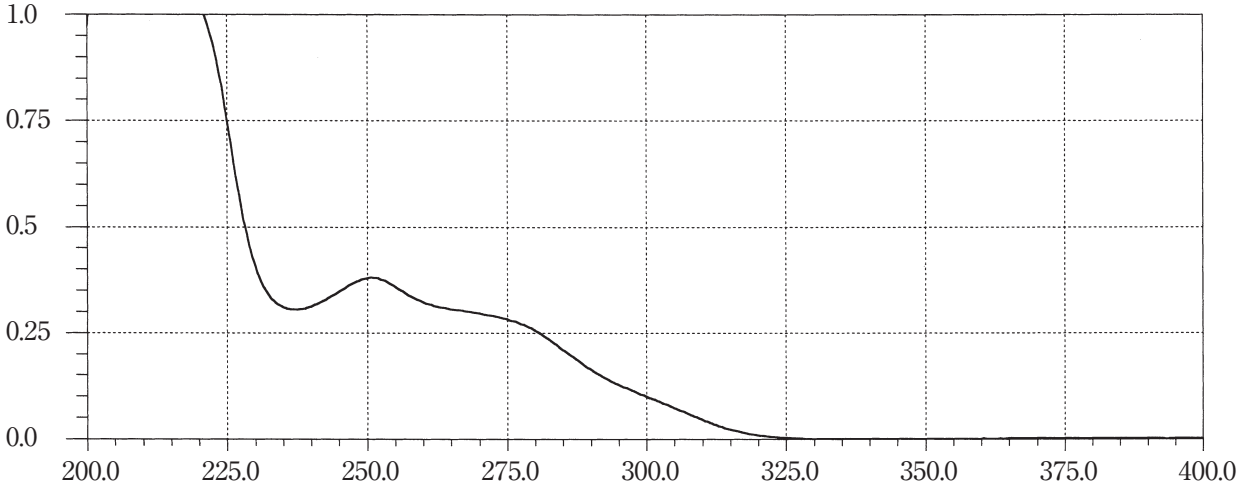
エタノール(99.5)溶液(1→50000)

グリベンクラミド



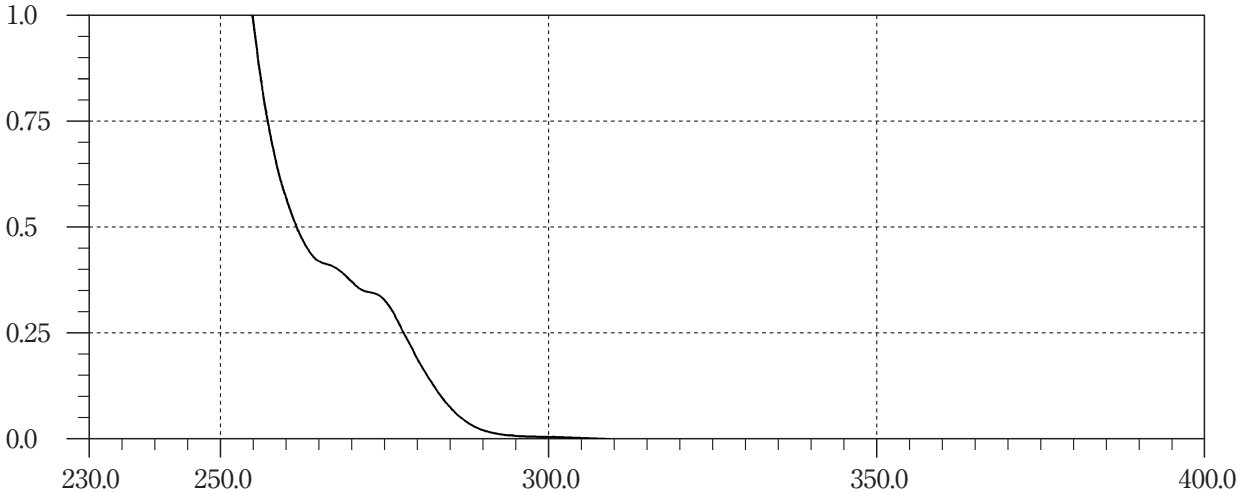
メタノール溶液(1→10000)

クロカプラミン塩酸塩水和物



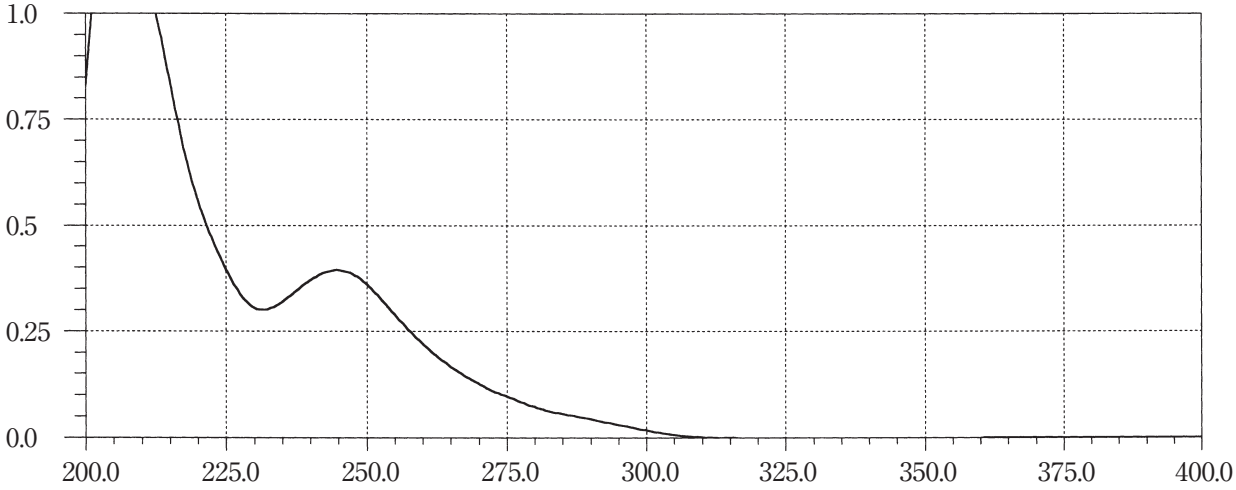
メタノール溶液(1→40000)

クロキサシリンナトリウム水和物



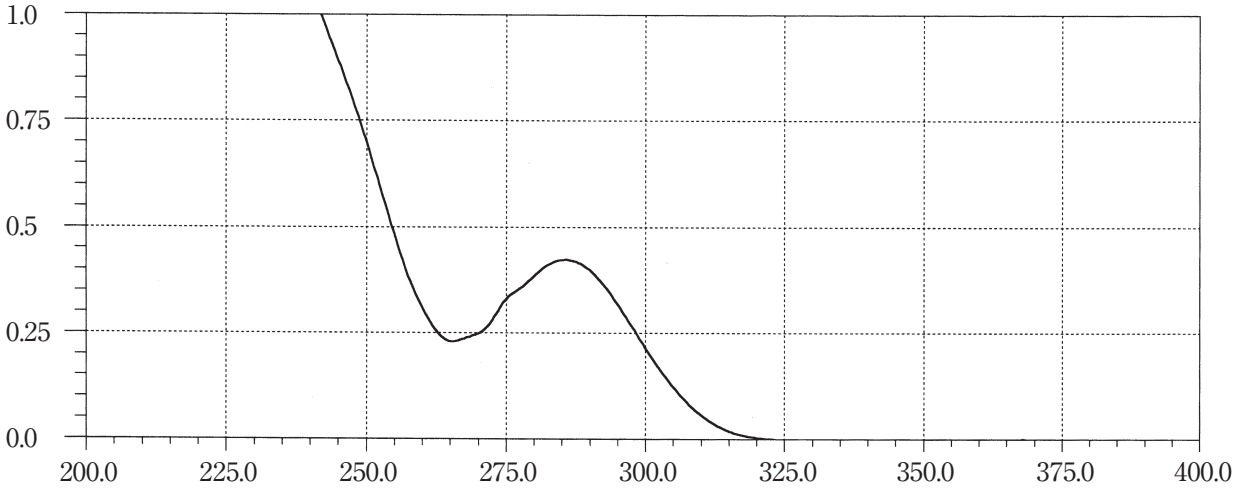
メタノール溶液(1→2500)

クロキサゾラム



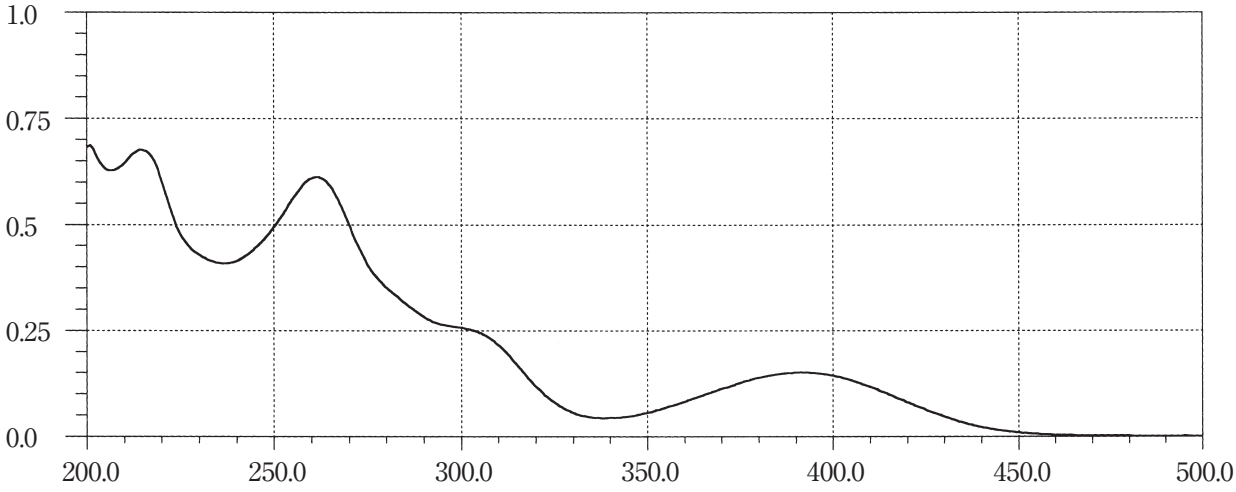
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

クロコナゾール塩酸塩



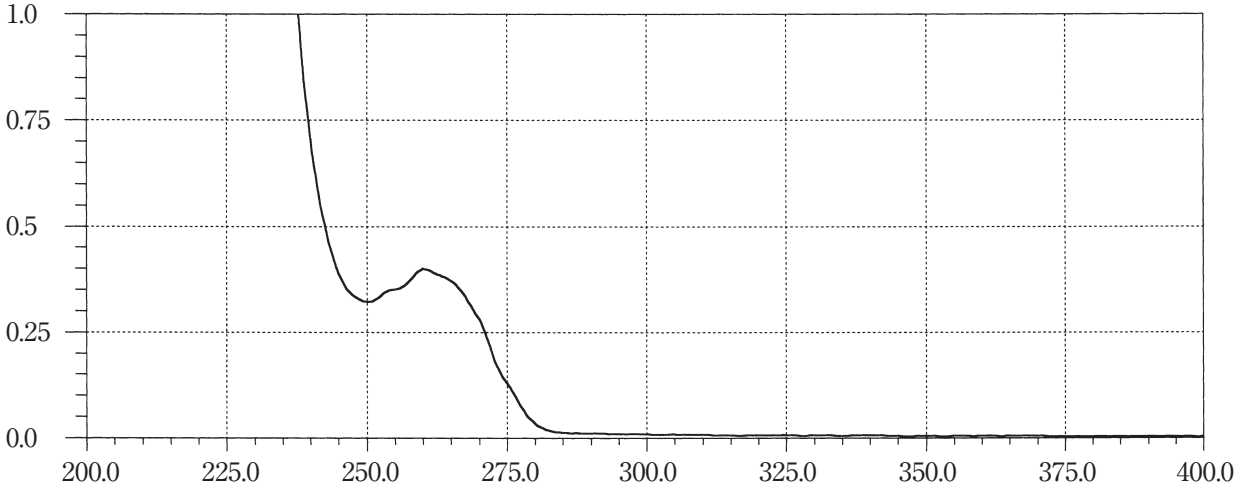
メタノール溶液（1→20000）

クロチアゼパム



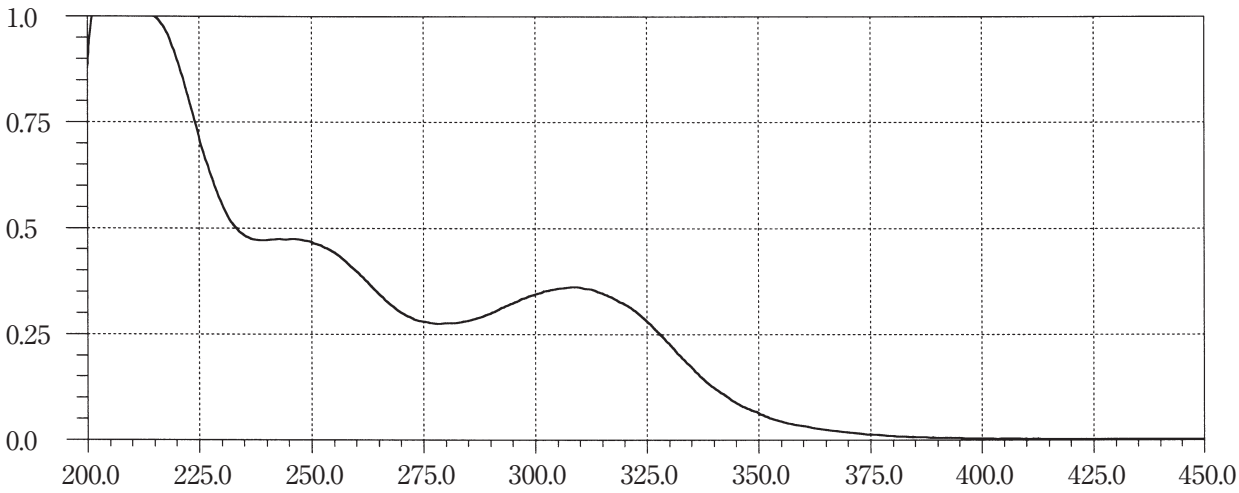
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

クロトリマゾール



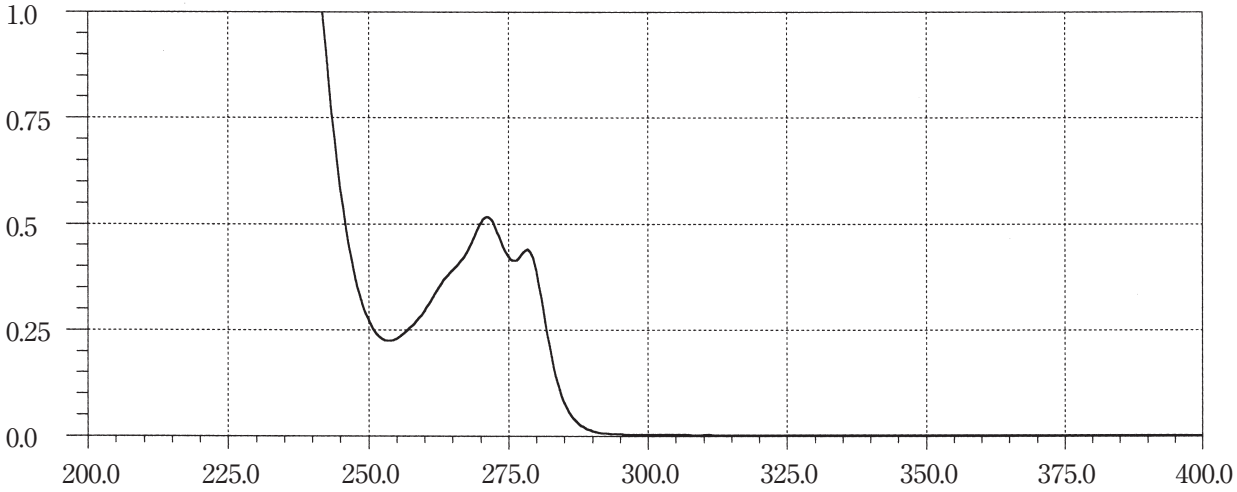
メタノール溶液（1→5000）

クロナゼパム



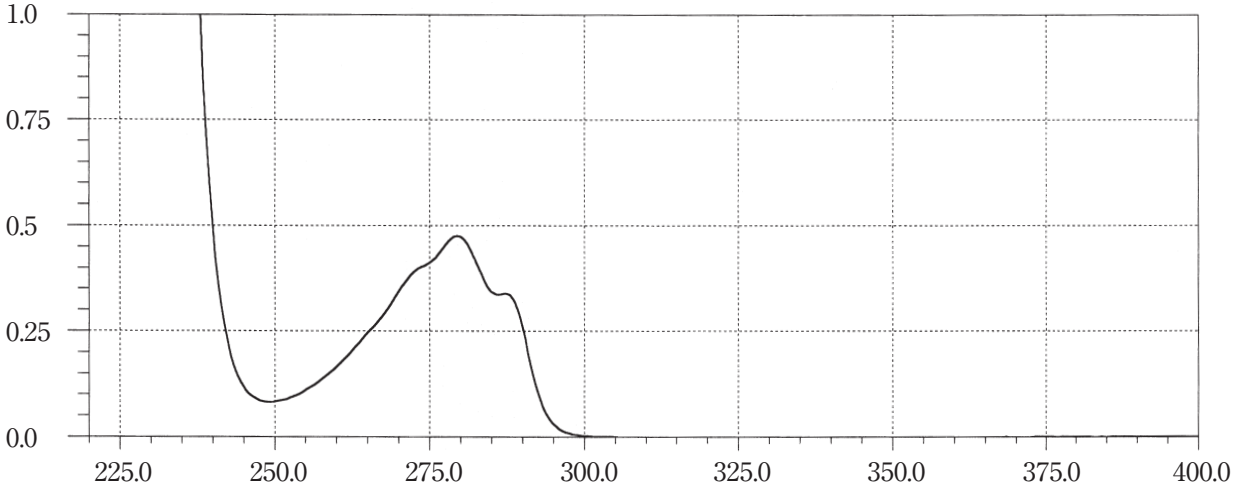
メタノール溶液（1→100000）

クロニジン塩酸塩



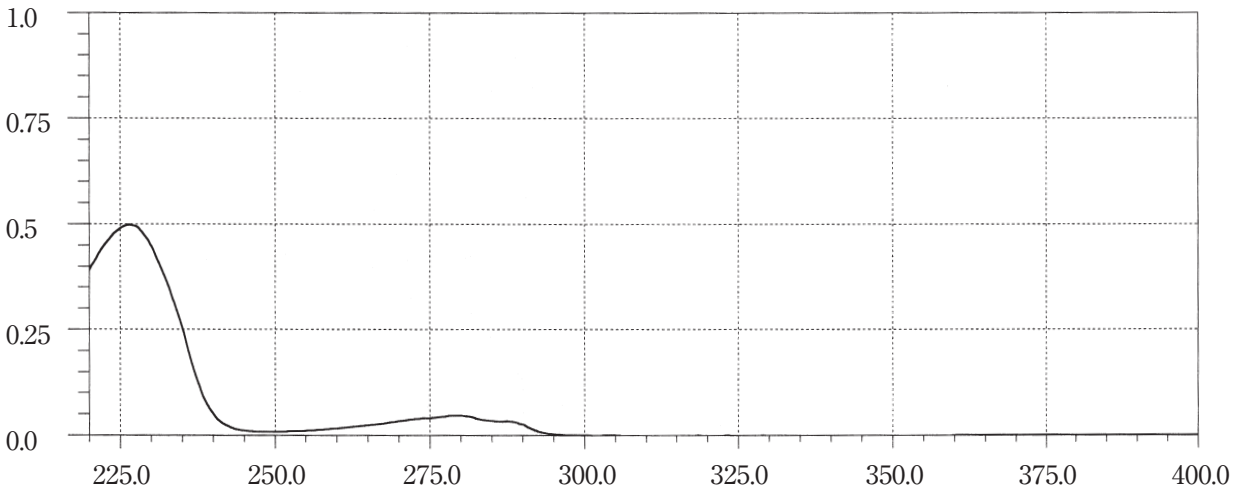
0.01mol/L塩酸試液溶液（3→10000）

クロフィブラート 1



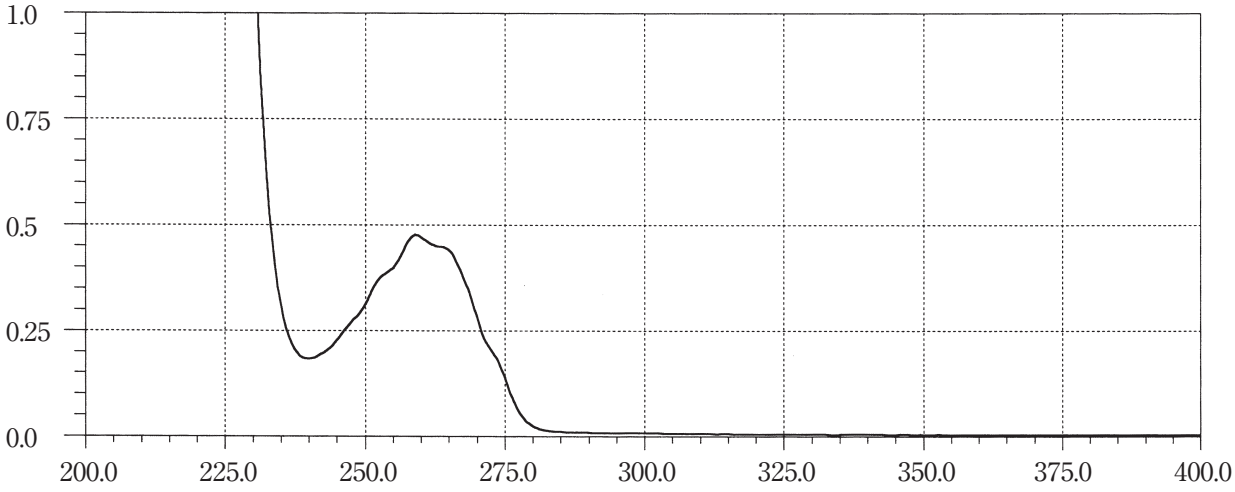
エタノール（99.5）溶液（1→10000）

クロフィブラート 2



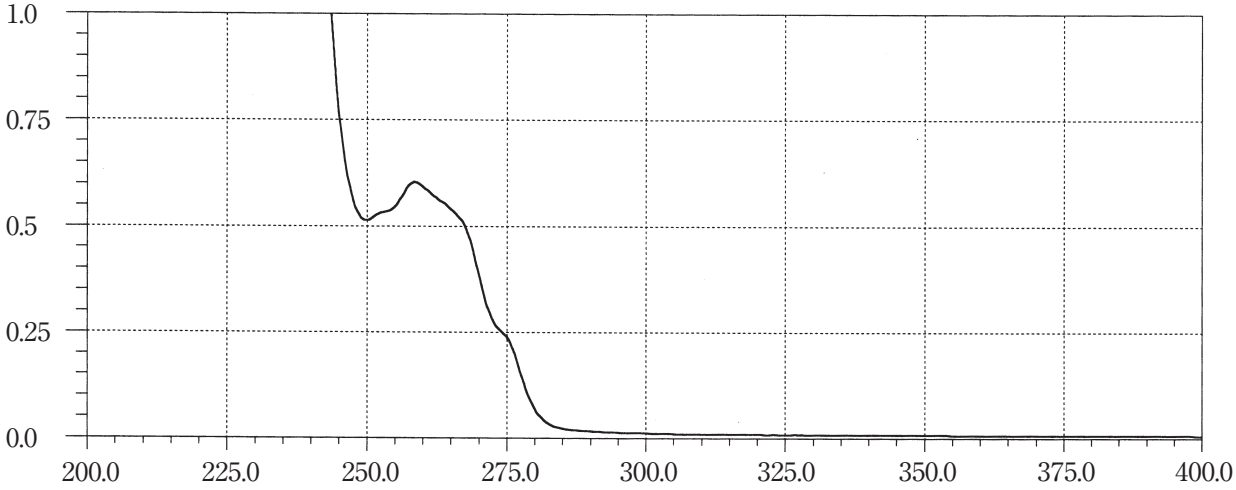
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

クロフェダノール塩酸塩



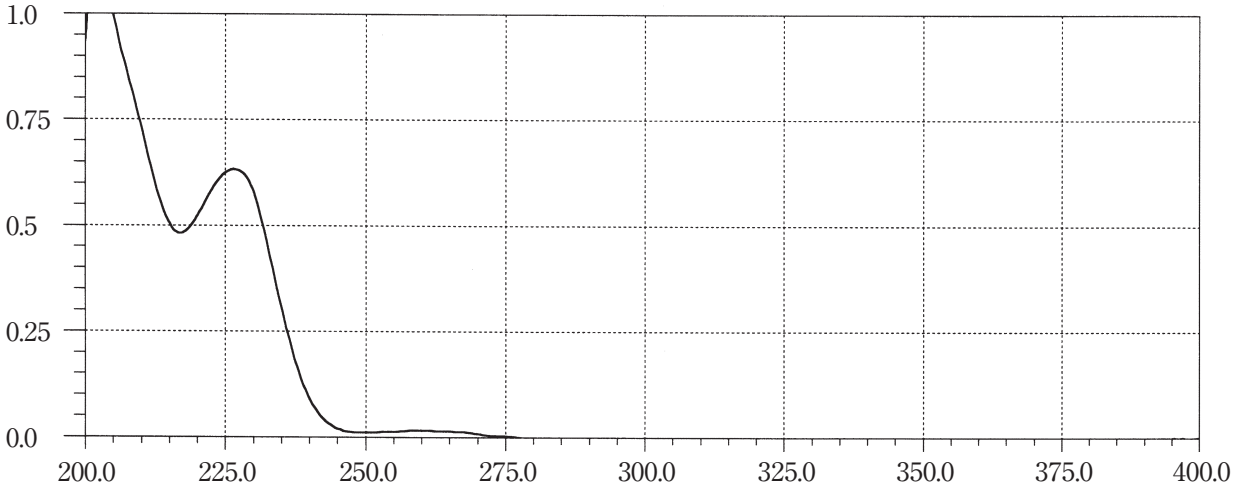
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→2500）

クロペラスチン塩酸塩 1



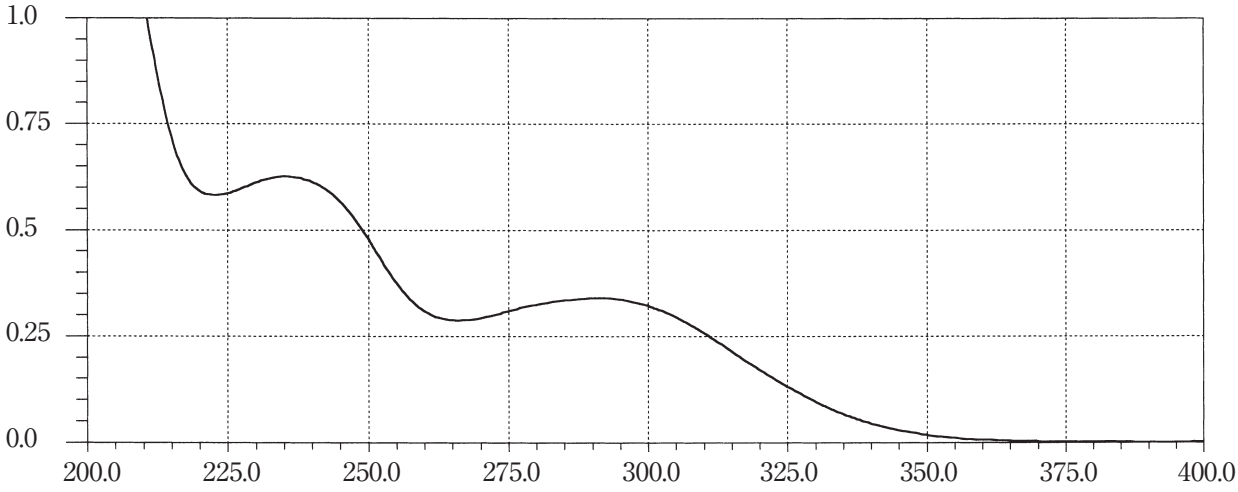
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→2500）

クロペラスチン塩酸塩 2



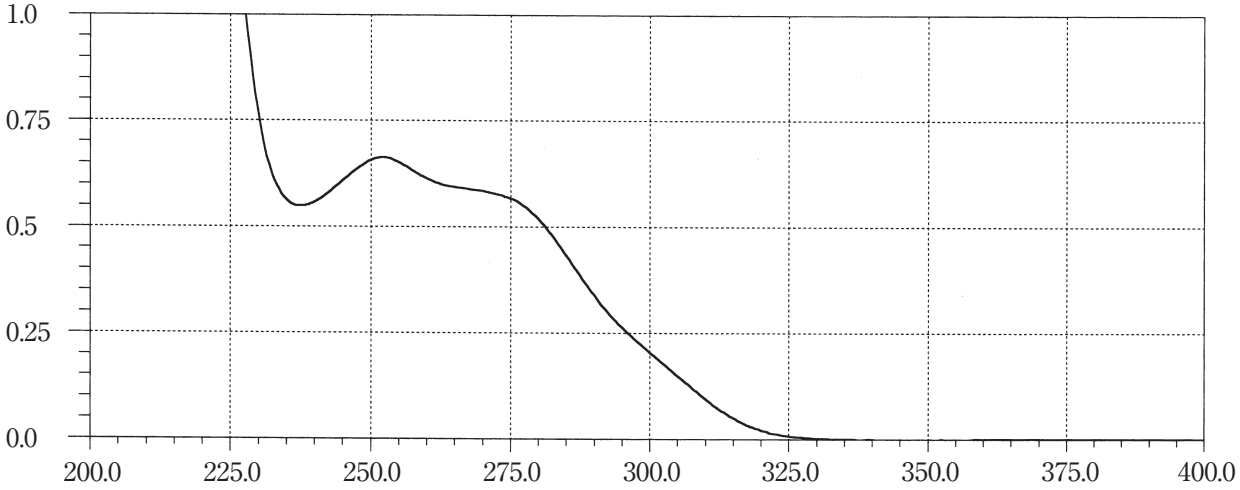
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→62500）

クロミフェンクエン酸塩



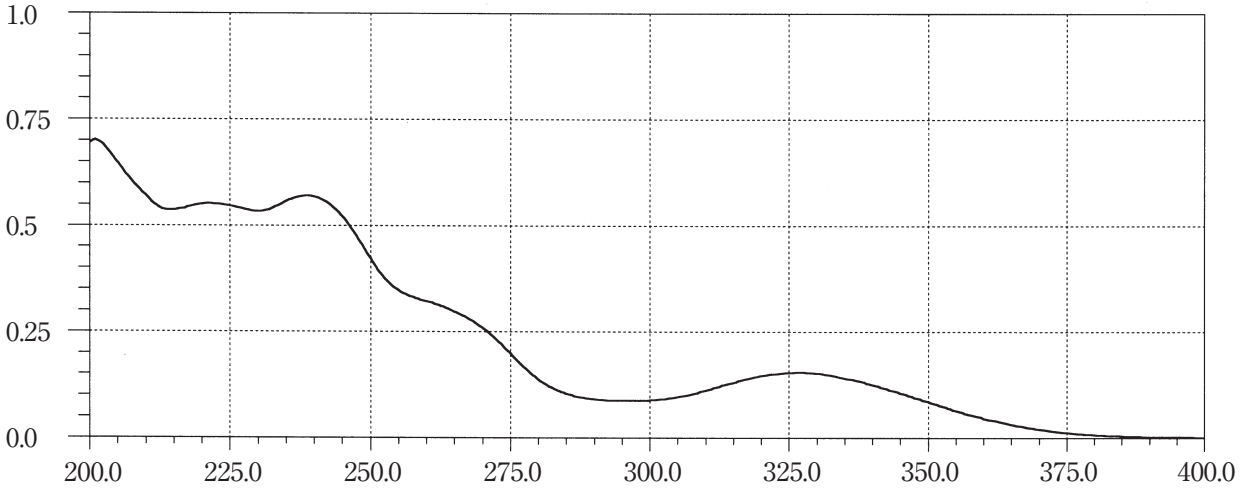
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

クロミプラミン塩酸塩



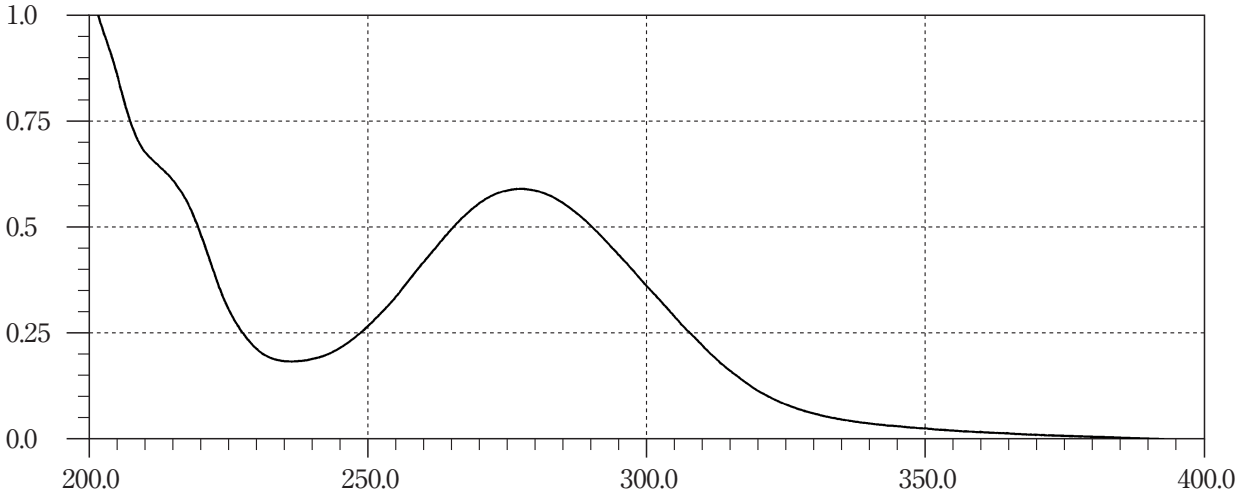
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

クロモグリク酸ナトリウム



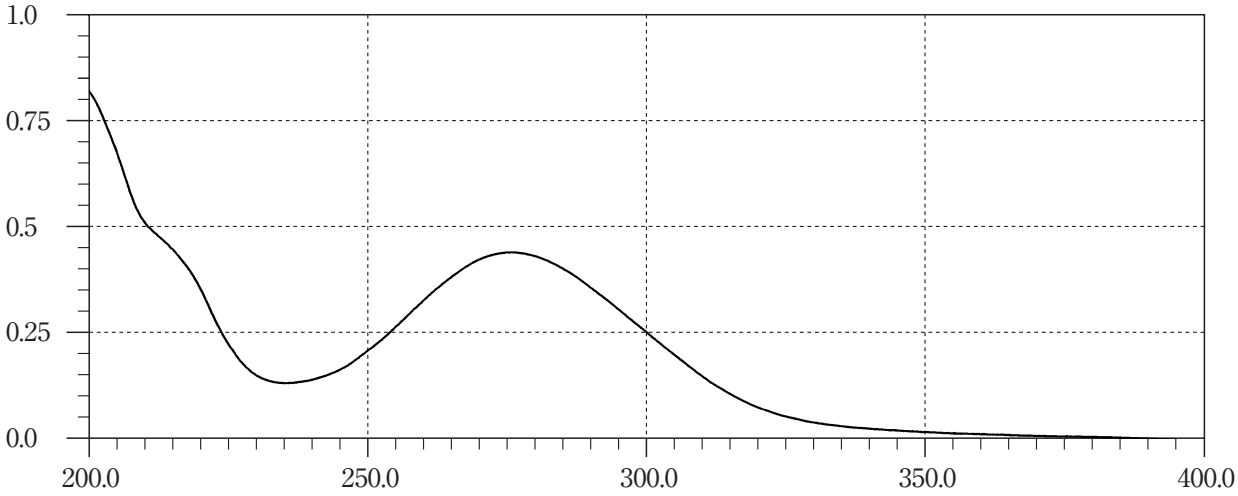
pH7.4のリン酸塩緩衝液溶液（1→100000）

クロラムフェニコール



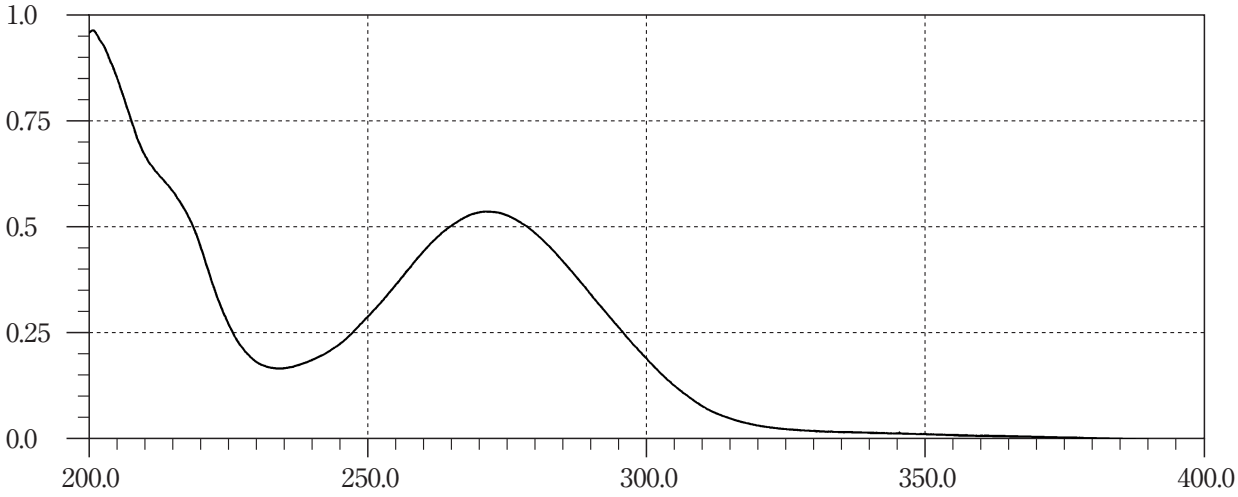
定量法で得た試料溶液

クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム



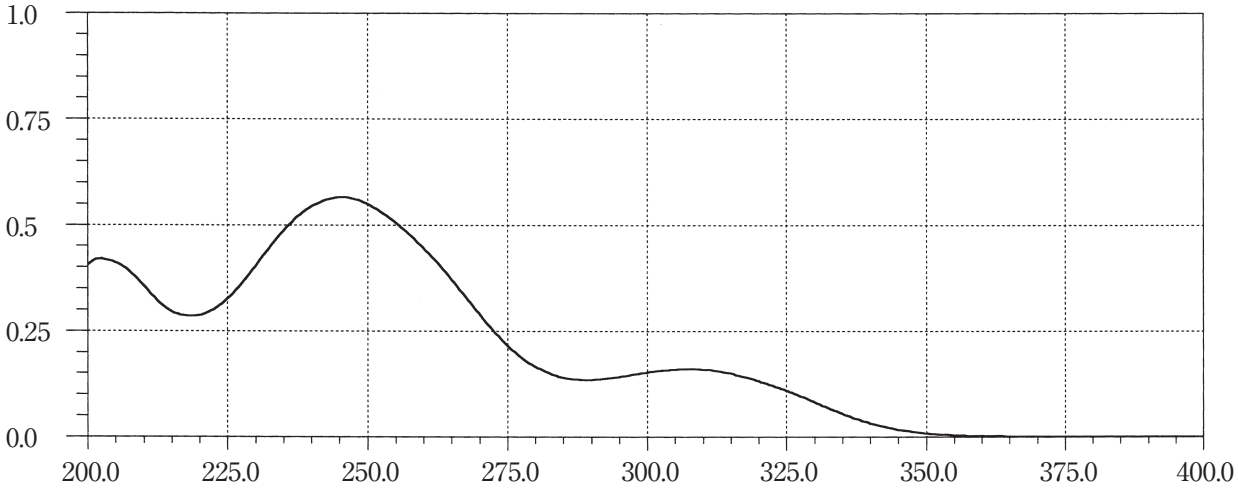
水溶液（1→50000）

クロラムフェニコールパルミチン酸エステル



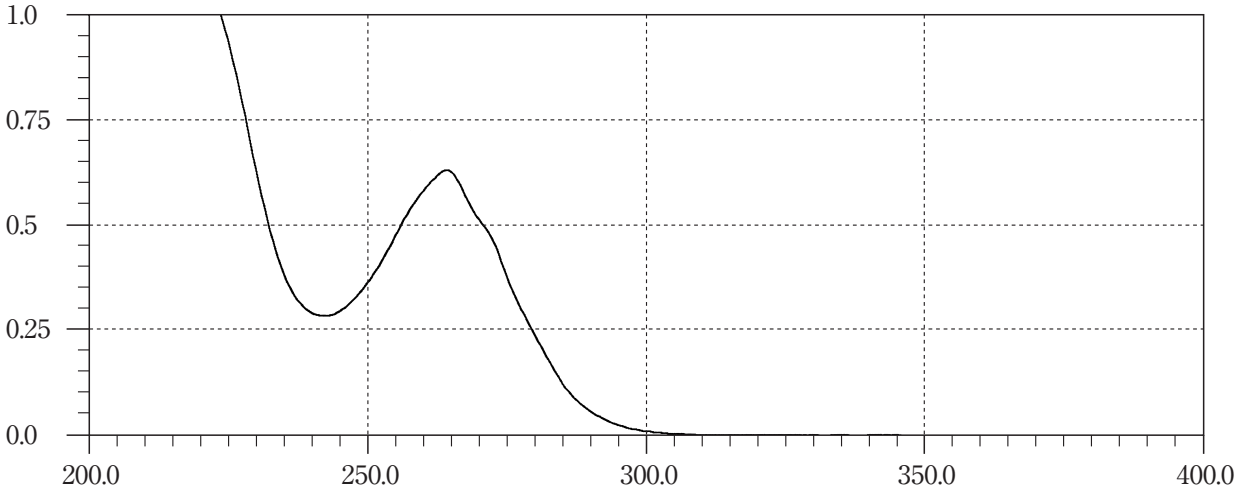
エタノール（99.5）溶液（1→33000）

クロルジアゼポキシド



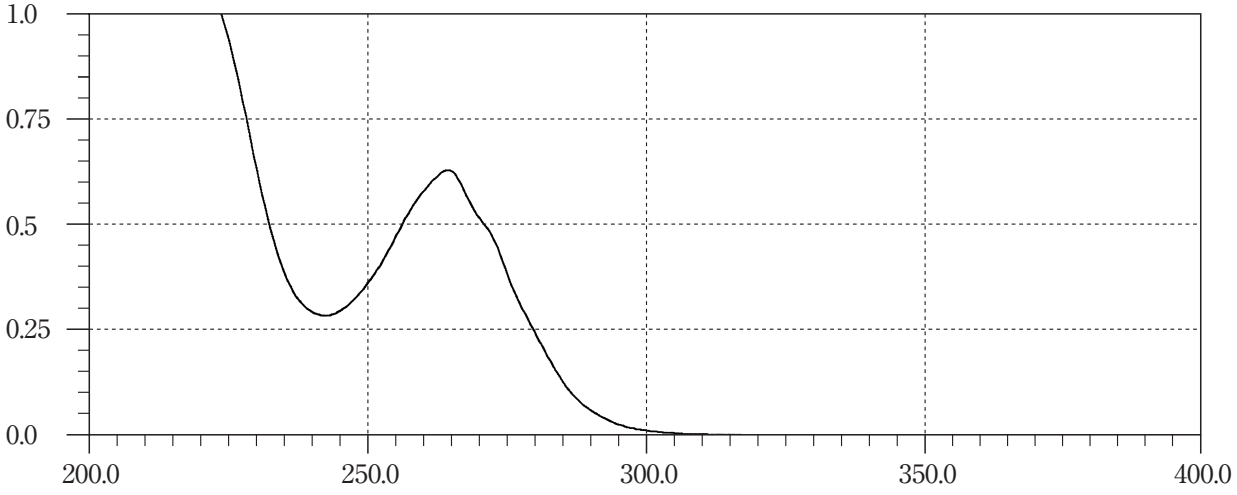
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→200000）

クロルフェニラミンマレイン酸塩



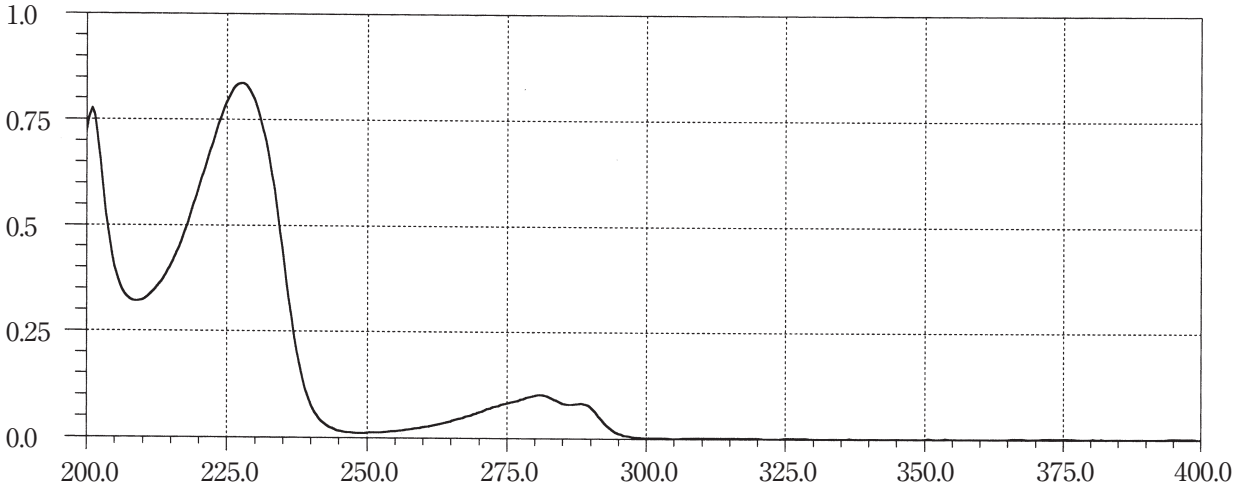
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

d-クロルフェニラミンマレイン酸塩



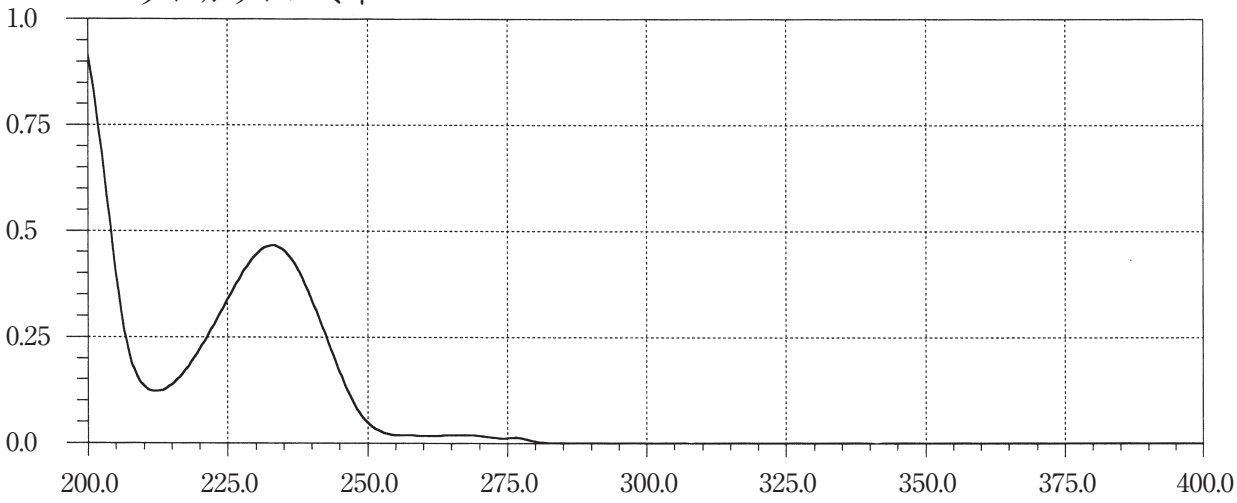
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

クロルフェネシンカルバミン酸エステル



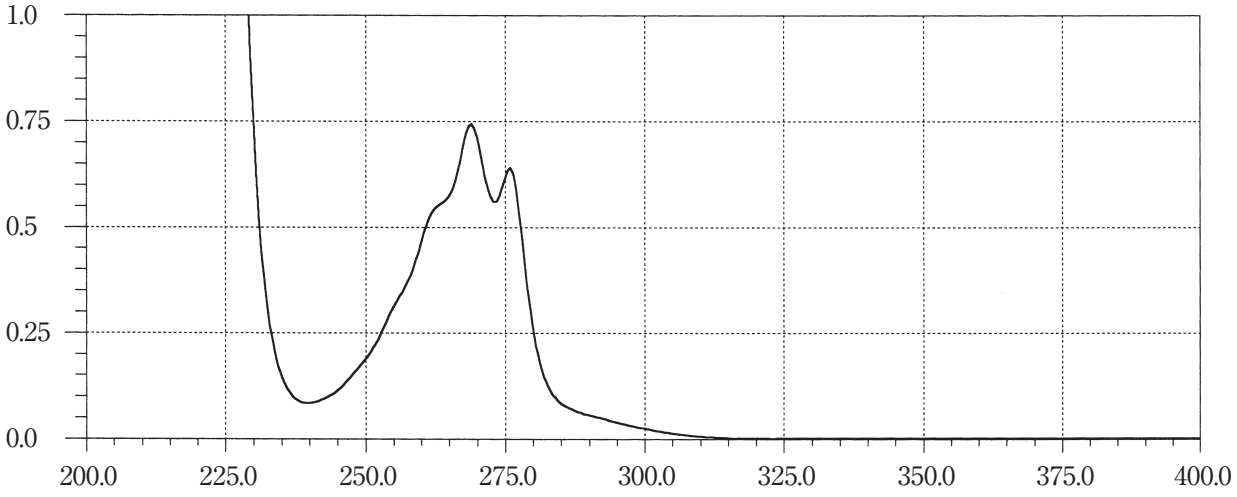
エタノール（95）溶液（3→200000）

クロルプロパミド



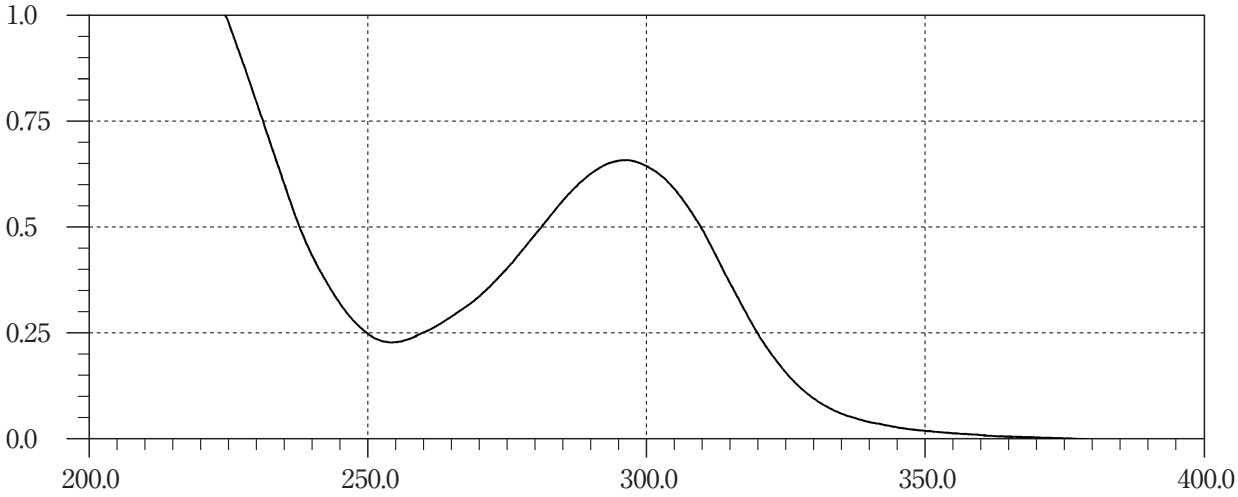
本品0.08g＋メタノール50mL，この液1mLに0.01mol/L塩酸試液を加えて200mL

ケタミン塩酸塩



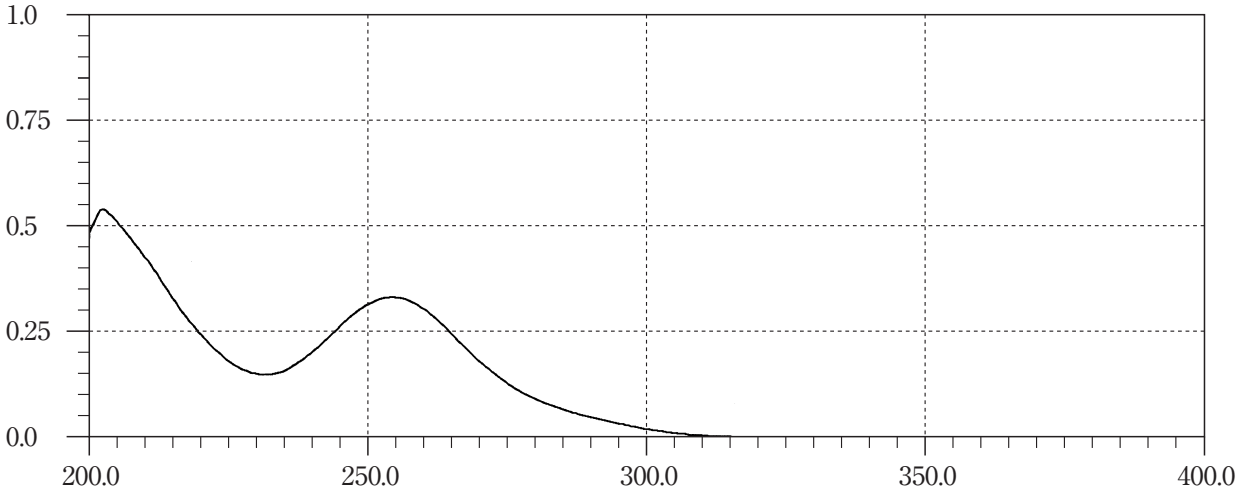
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→3000）

ケトチフェンフマル酸塩



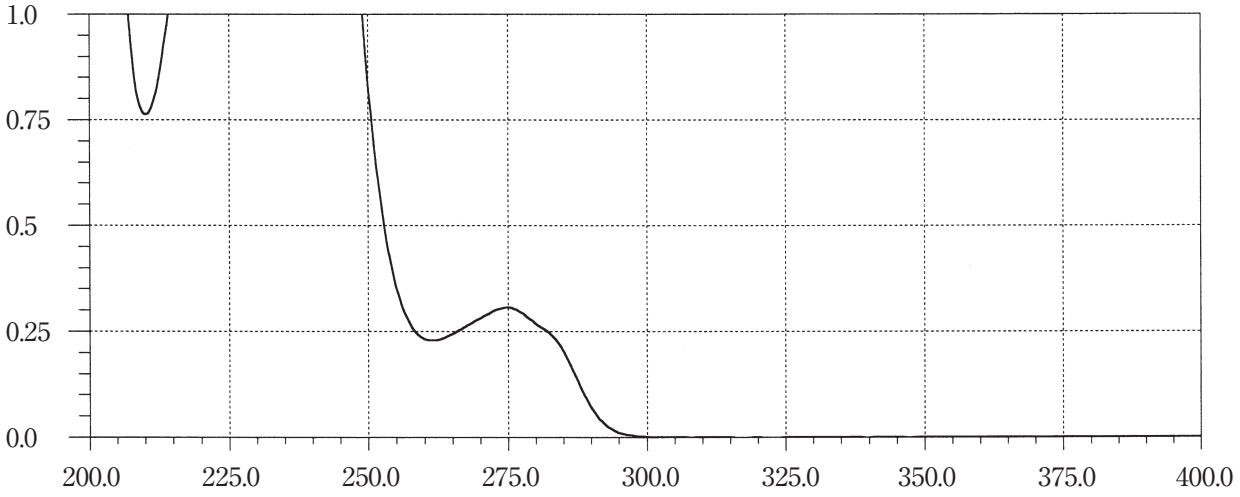
メタノール溶液（1→50000）

ケトプロフェン



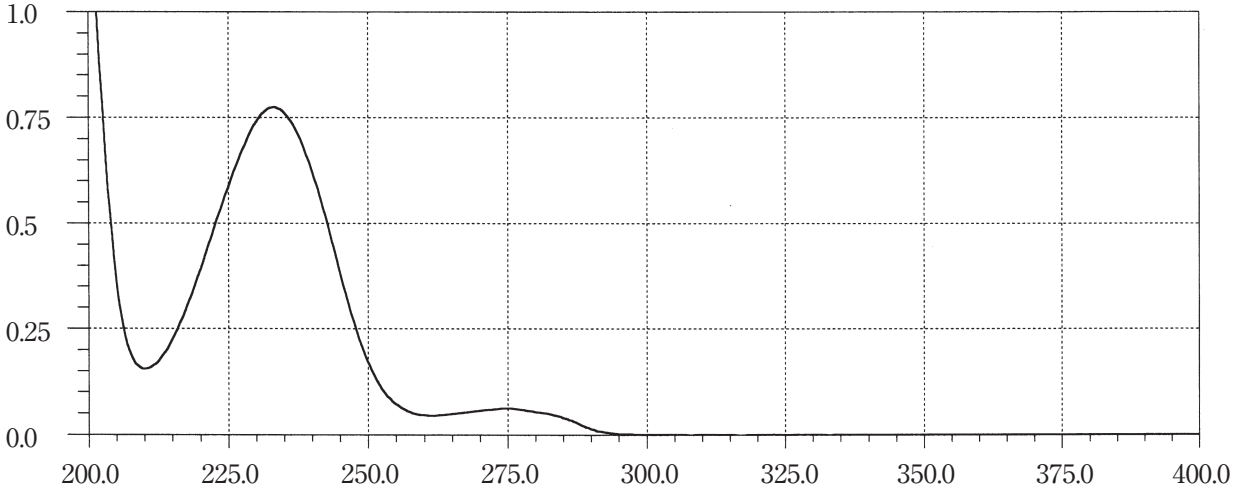
メタノール溶液（1→200000）

コカイン塩酸塩 1



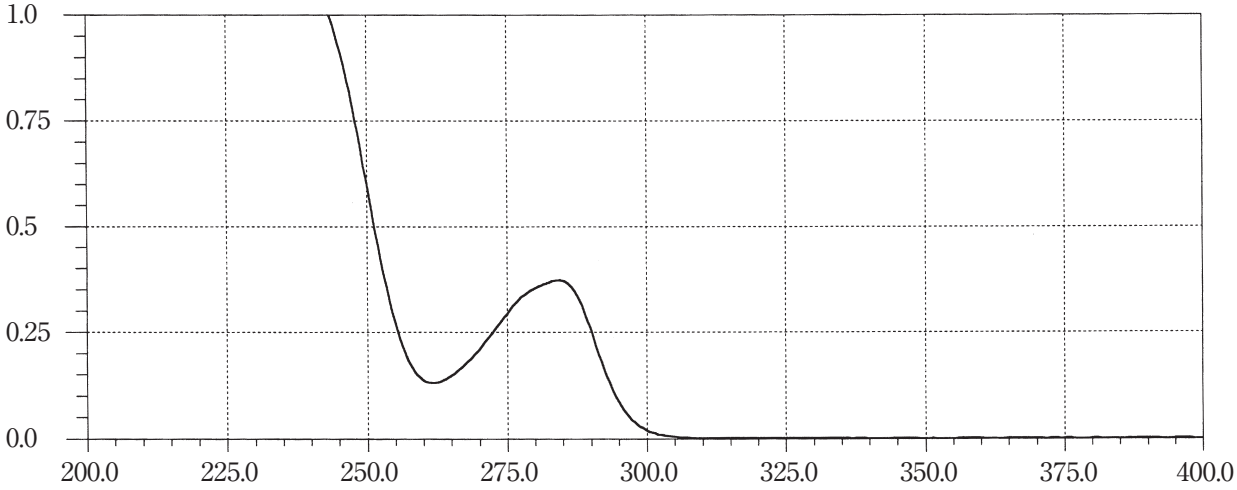
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

コカイン塩酸塩 2



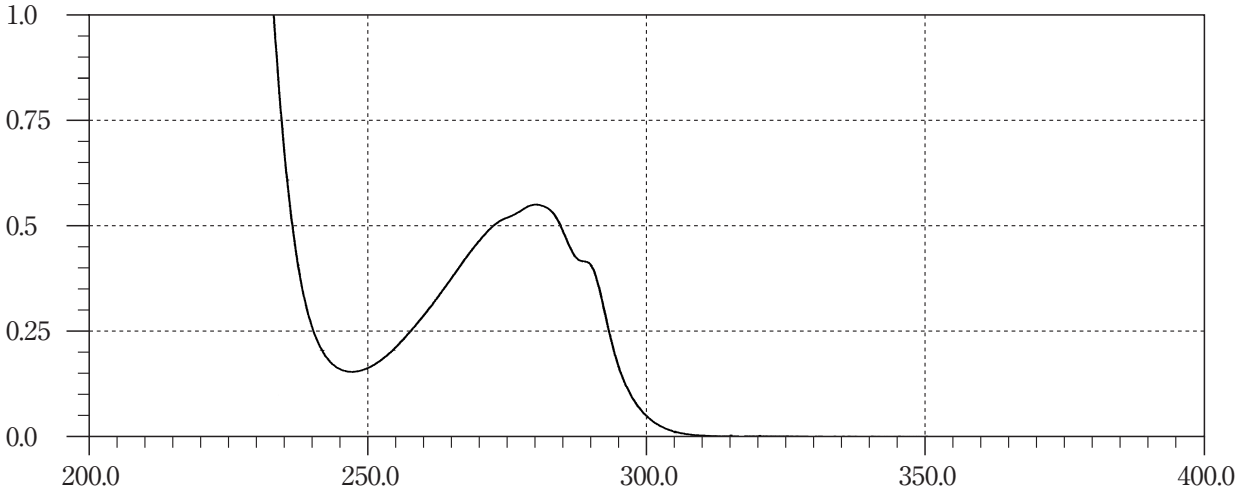
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

コデインリン酸塩水和物



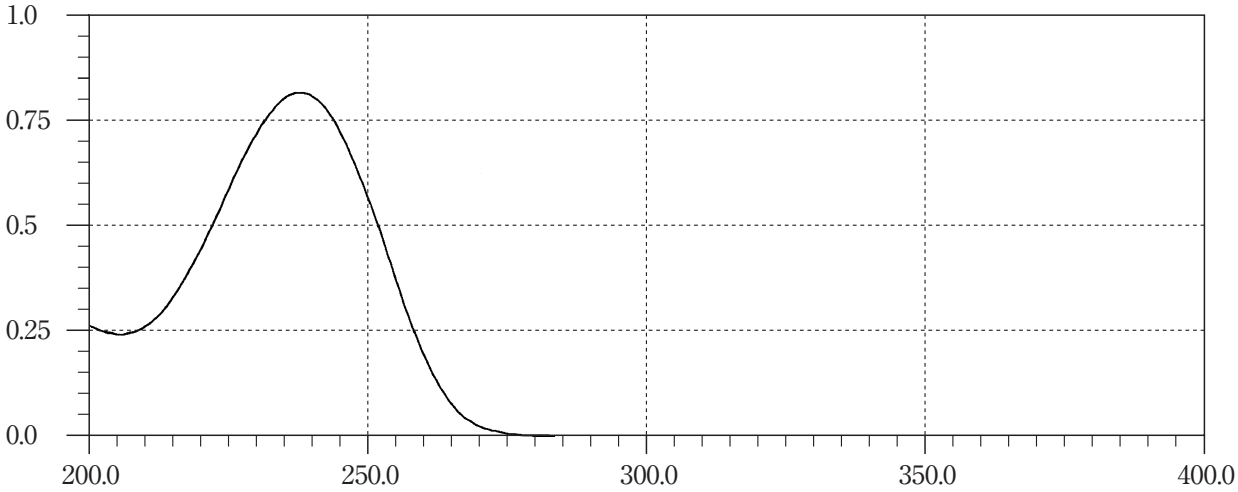
水溶液（1→10000）

ゴナドレリン酢酸塩



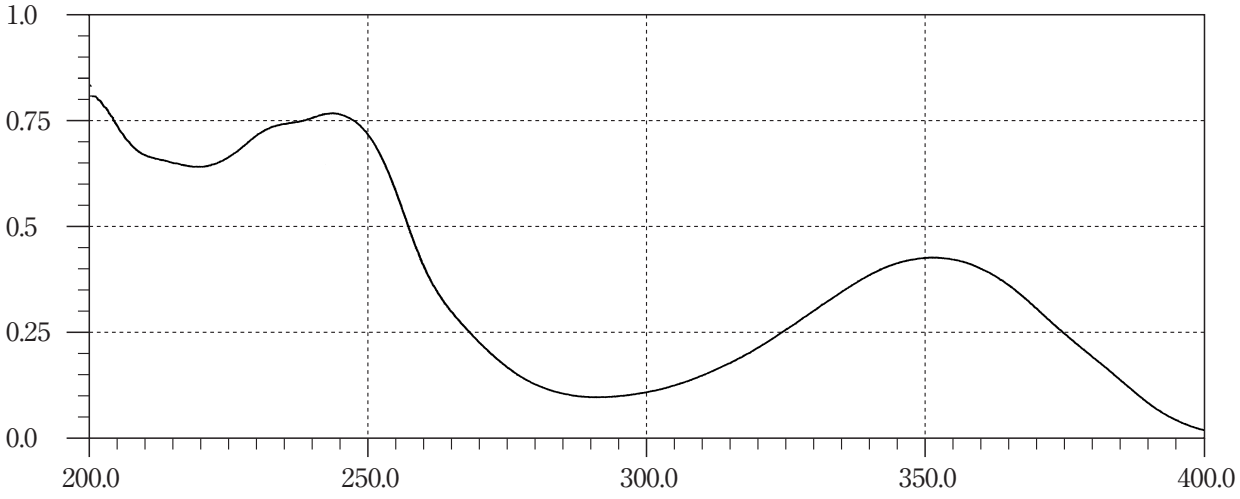
メタノール溶液（1→10000）

コルチゾン酢酸エステル



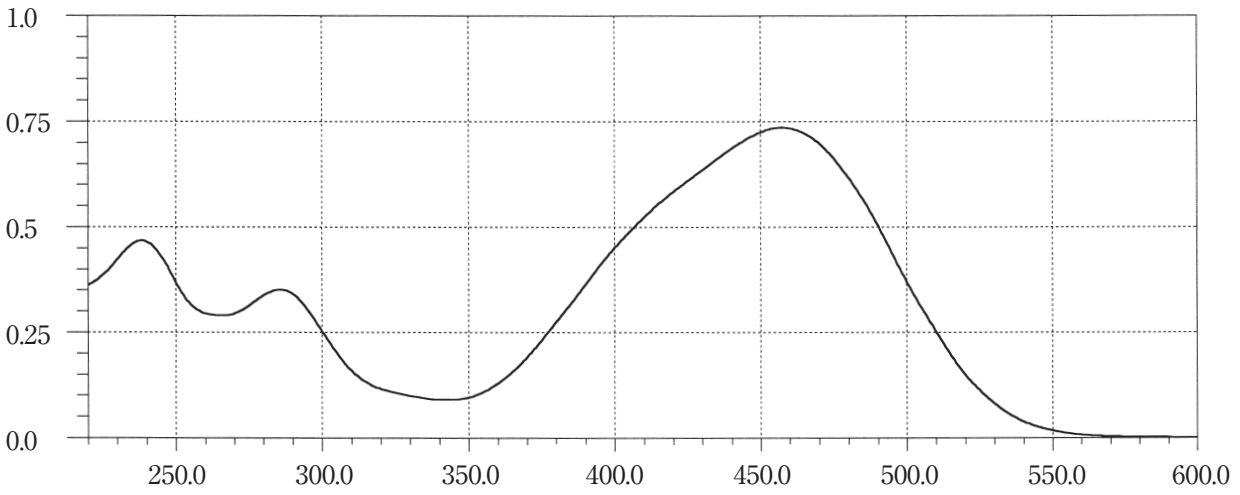
メタノール溶液（1→50000）

コルヒチン



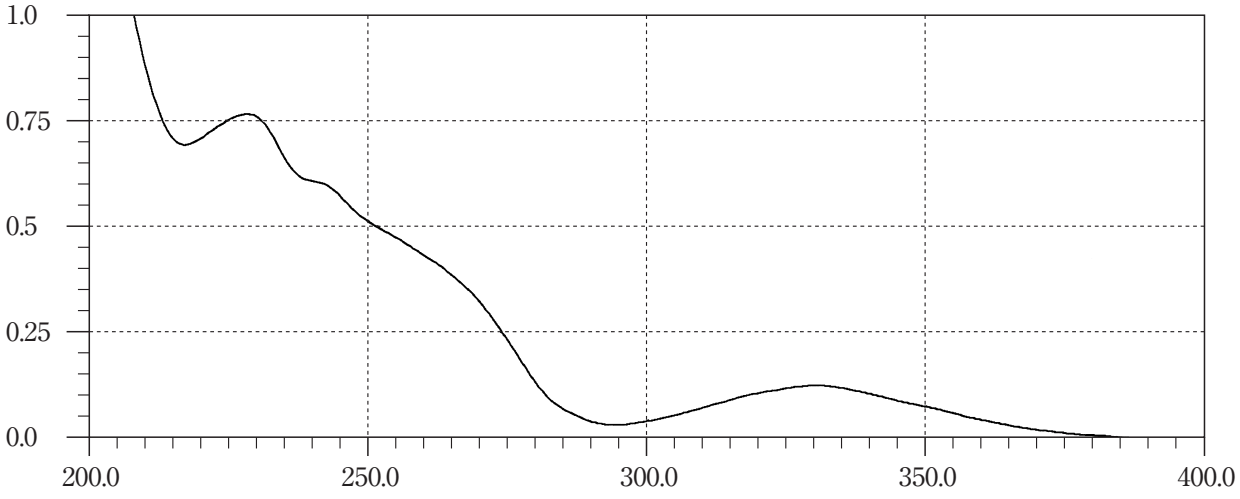
エタノール(95)溶液(1→100000)

サラゾスルファピリジン



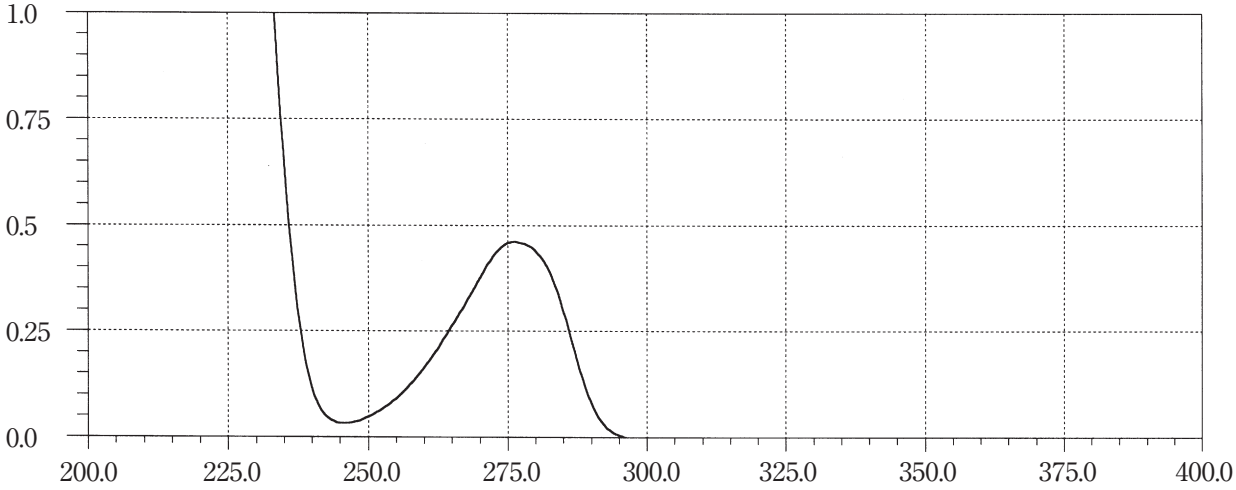
希水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)

ザルトプロフェン



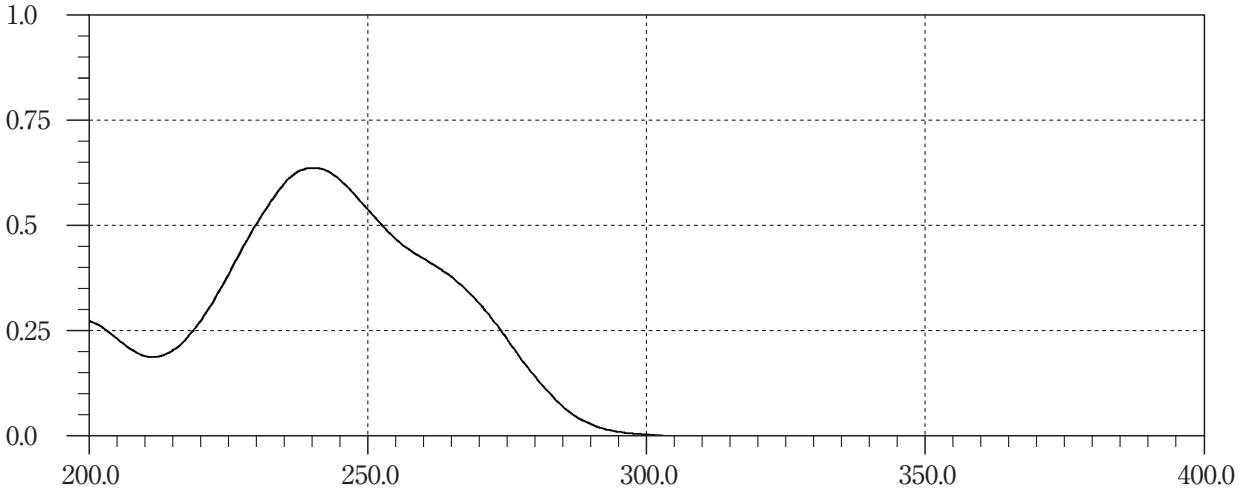
エタノール(99.5)溶液(1→100000)

サルブタモール硫酸塩



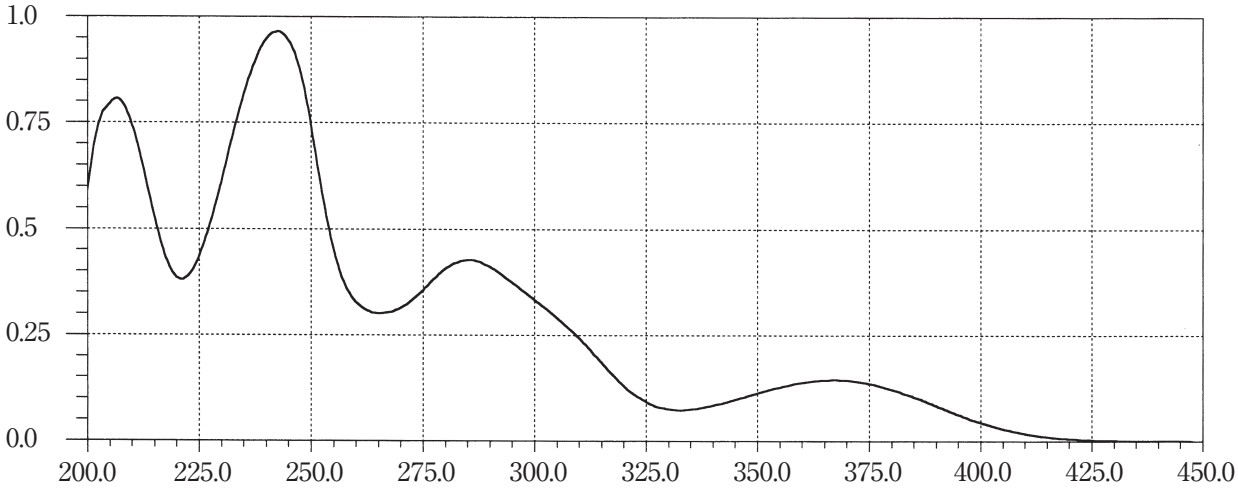
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→12500）

サントニン



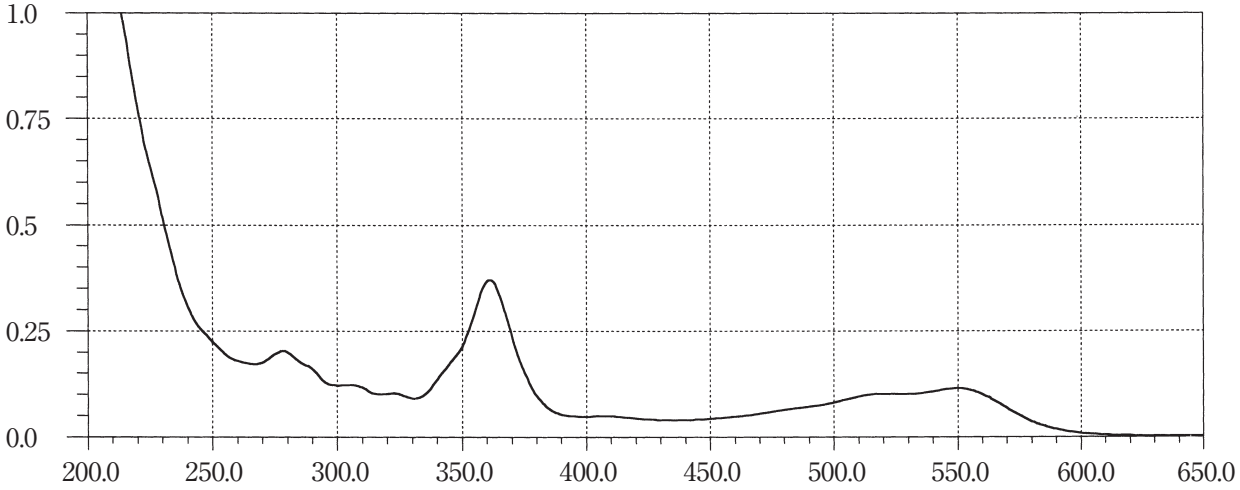
エタノール（95）溶液（3→250000）

ジアゼパム



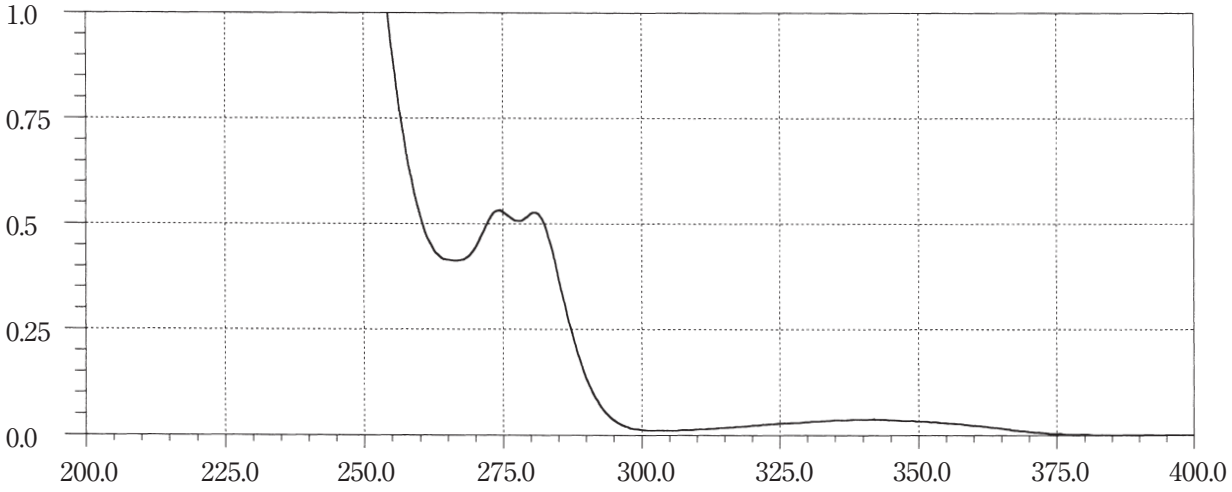
本品2mg＋硫酸のエタノール（99.5）溶液（3→1000）200mL

シアノコバラミン



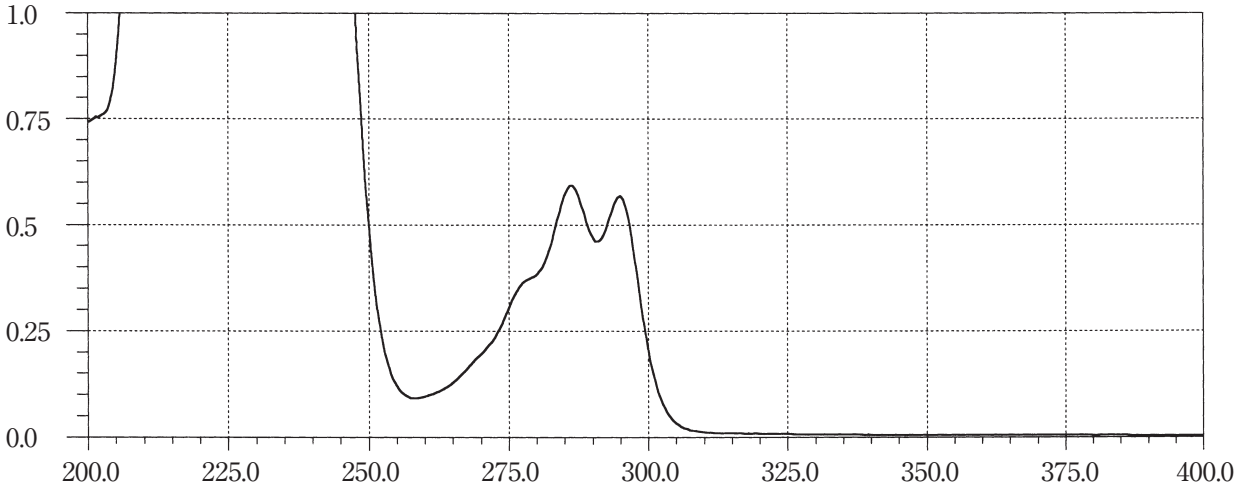
定量法の試料溶液

ジクロキサシリンナトリウム水和物



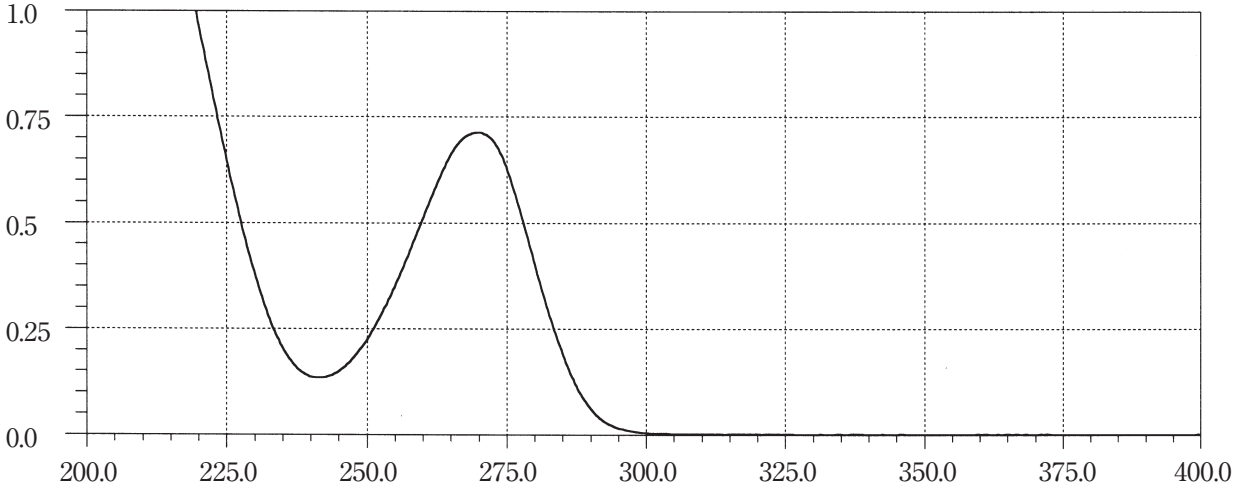
水溶液（1→2500）

ジクロフェナミド



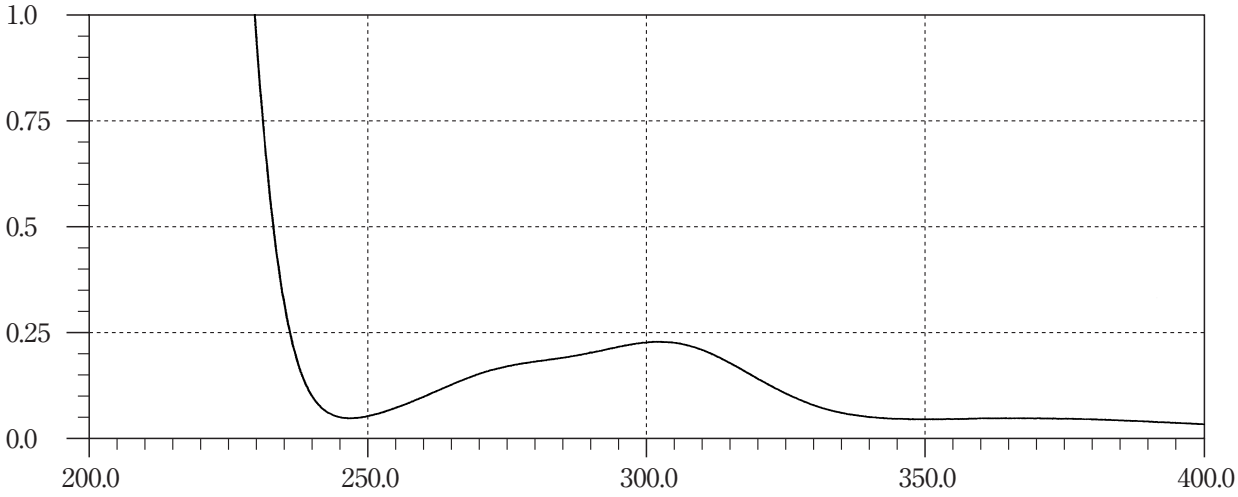
本品0.01g＋0.01mol/L水酸化ナトリウム試液100mL，この液10mL＋塩酸0.1mL

ジスチグミン臭化物



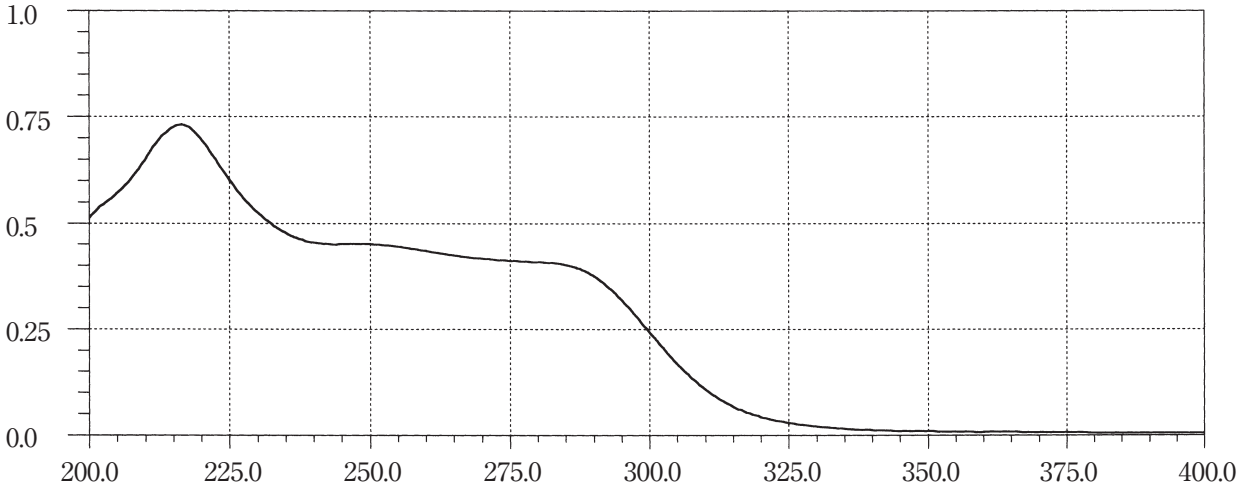
水溶液（1→25000）

シスプラチン



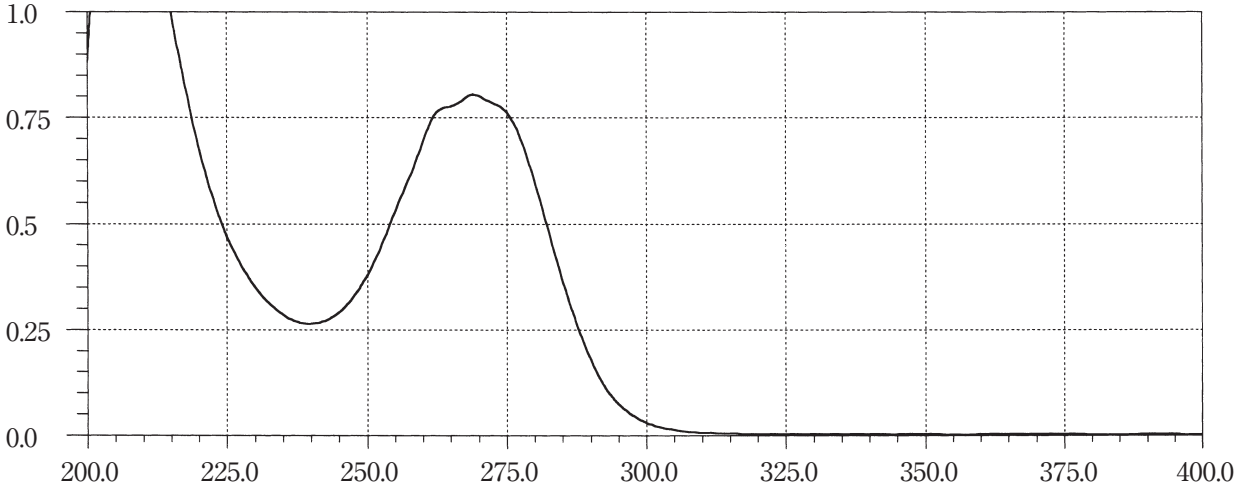
塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（9→1000）溶液（1→2000）

ジスルフィラム



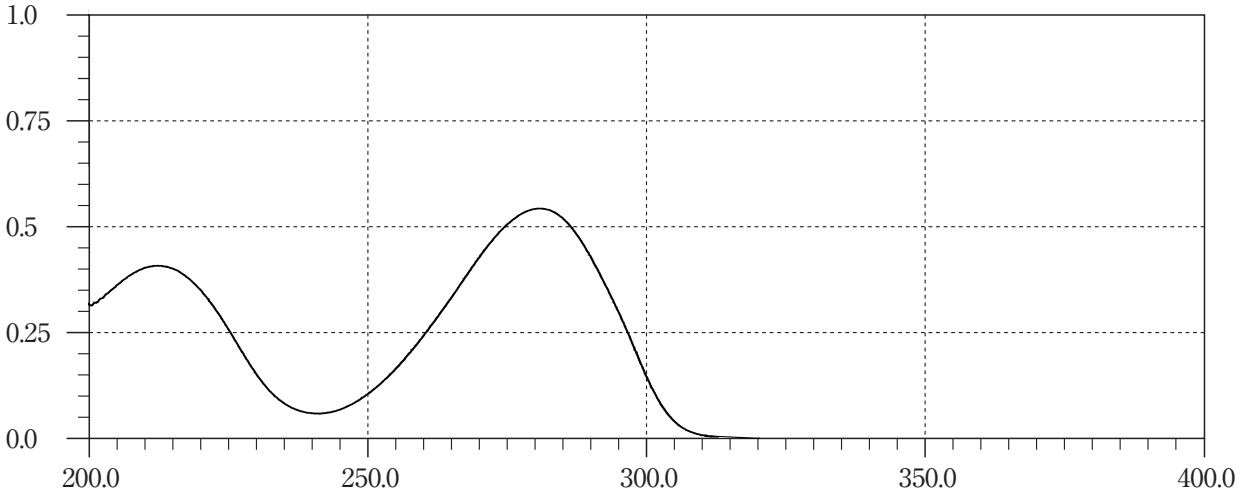
エタノール（95）溶液（1→100000）

ジソピラミド



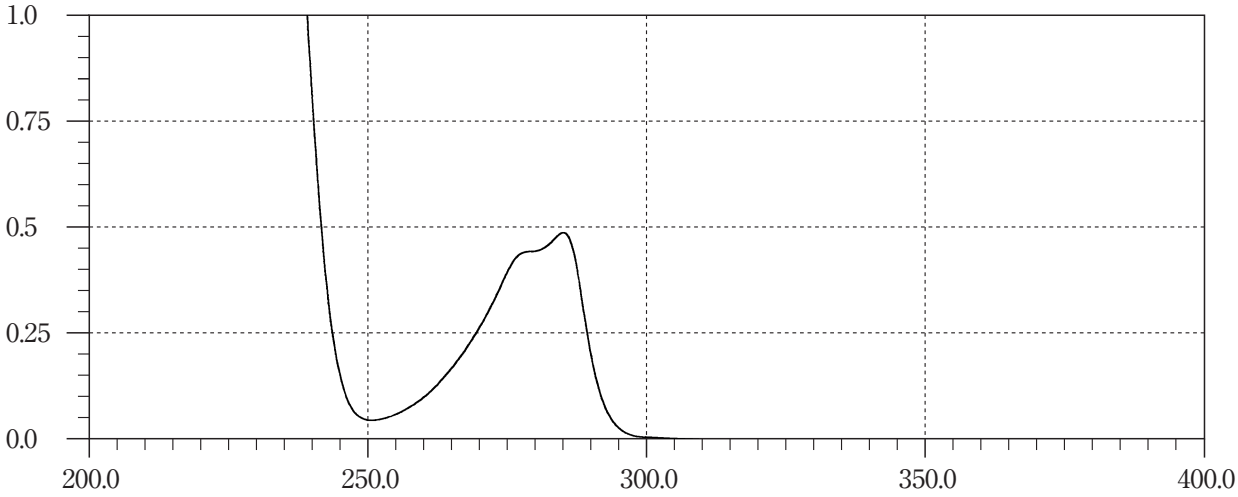
0.05mol/L硫酸・メタノール試液溶液（1→25000）

シタラビン



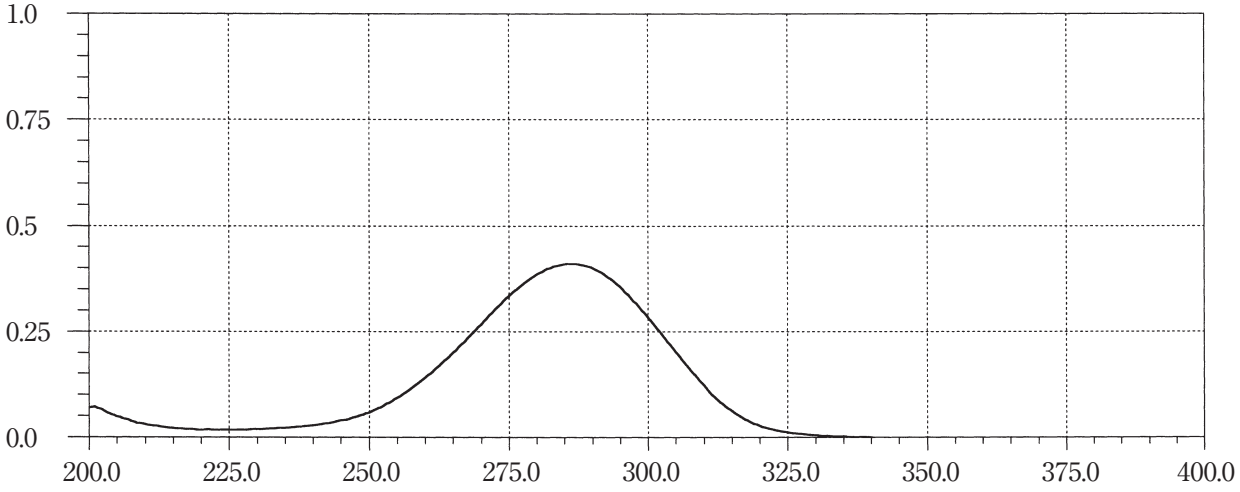
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

シッカニン



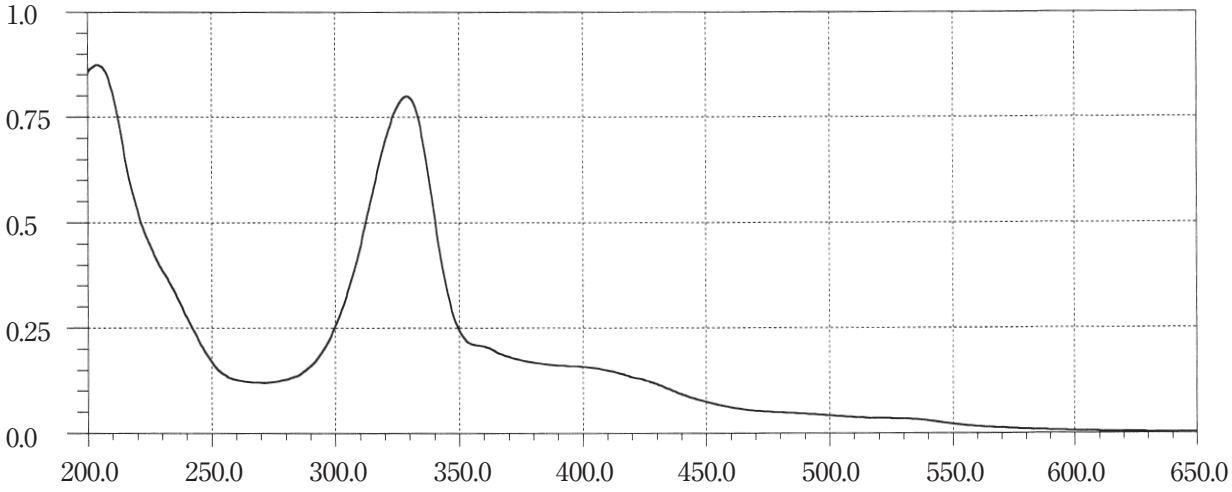
エタノール（99.5）溶液（1→10000）

ジドロゲステロン



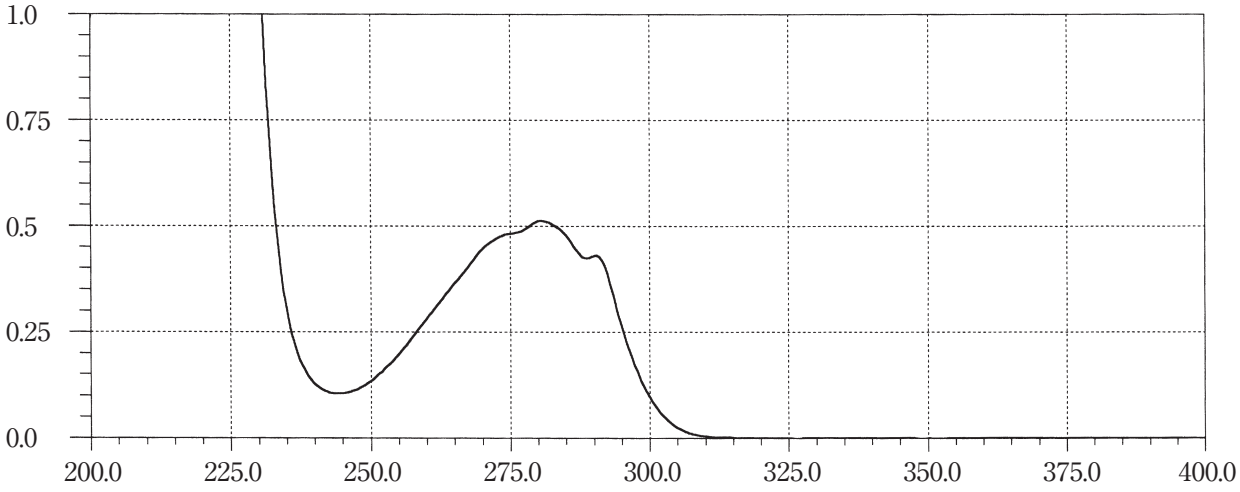
メタノール溶液(1→200000)

ジノプロスト



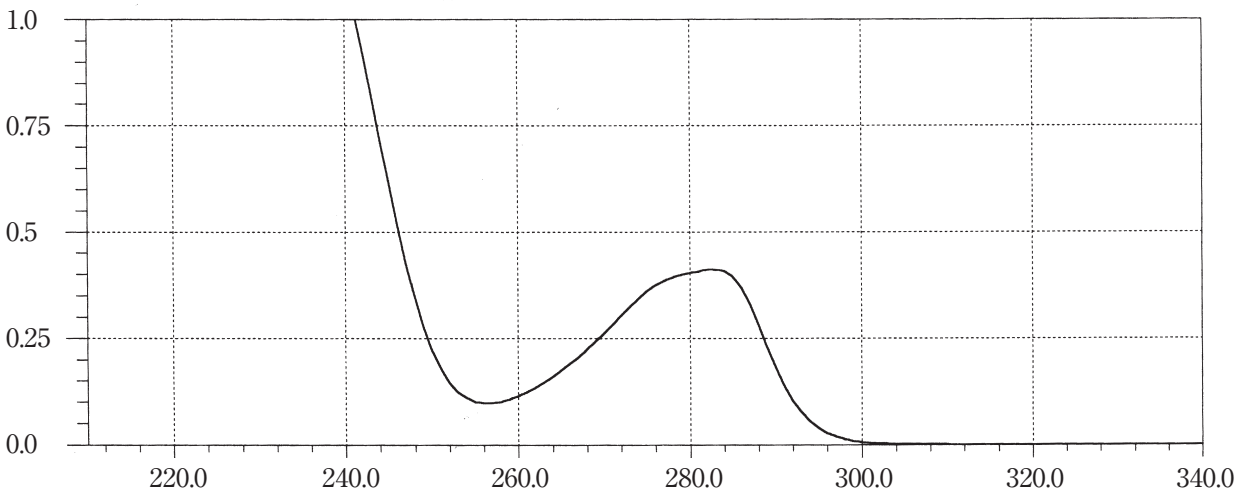
本品1mg＋薄めた硫酸(7→10)50mL，50℃の水浴中で40分間加温後放冷

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩



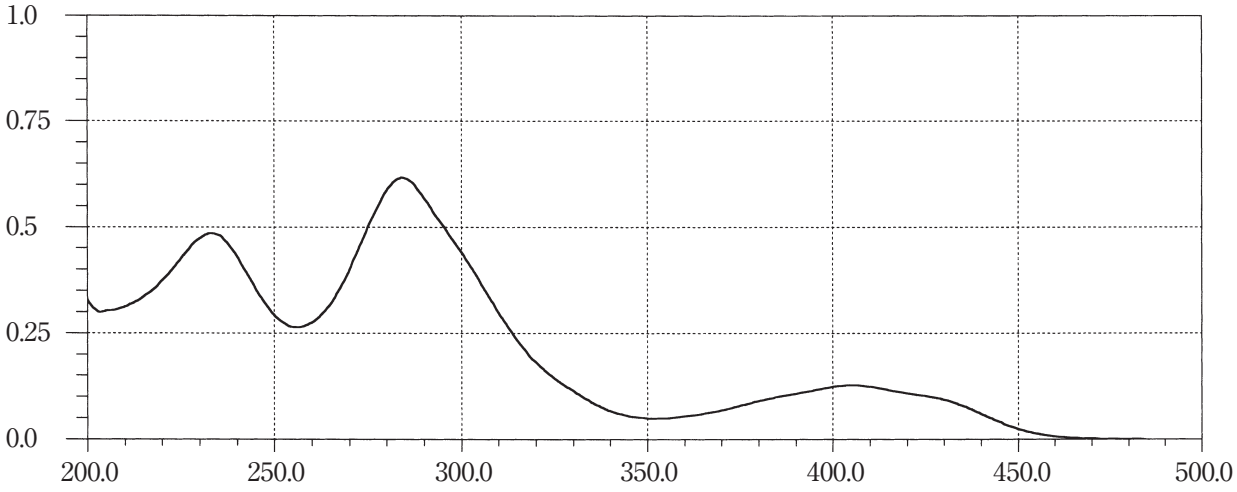
メタノール溶液(1→20000)

ジヒドロコデインリン酸塩



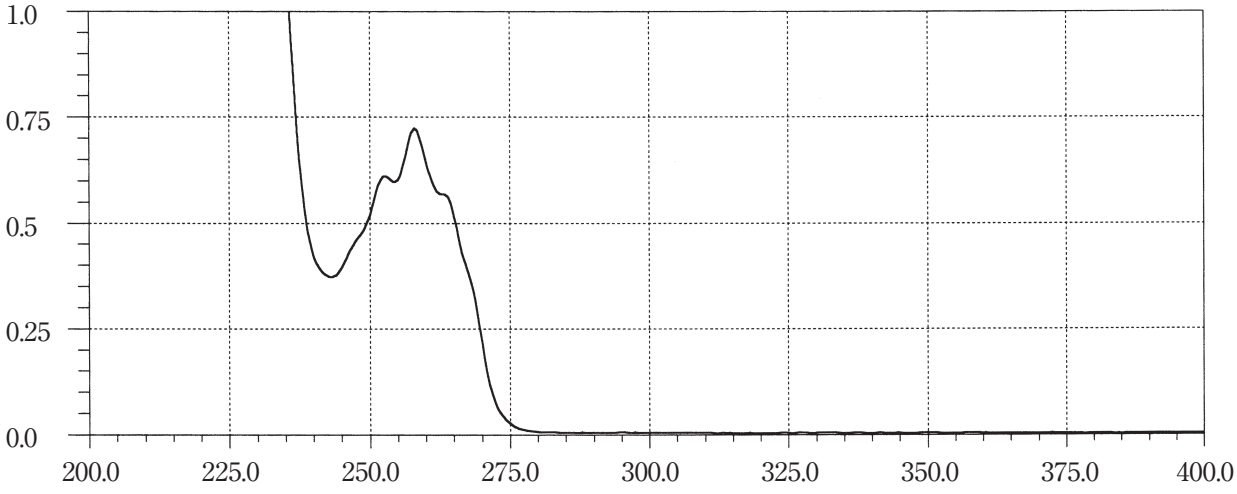
水溶液（1→10000）

ジピリダモール



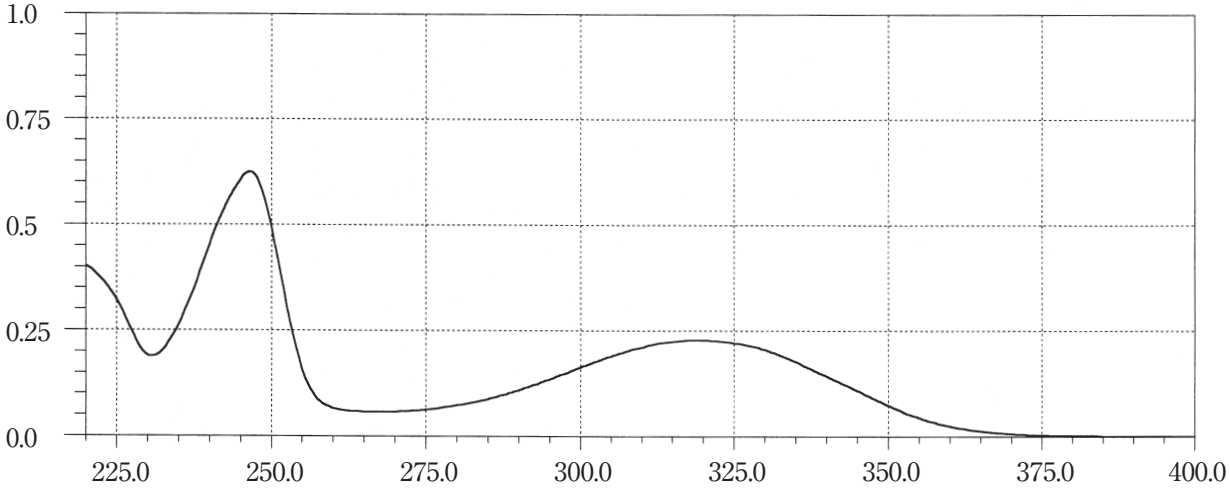
メタノール/塩酸混液（99：1）溶液（1→100000）

ジフェンヒドラミン塩酸塩



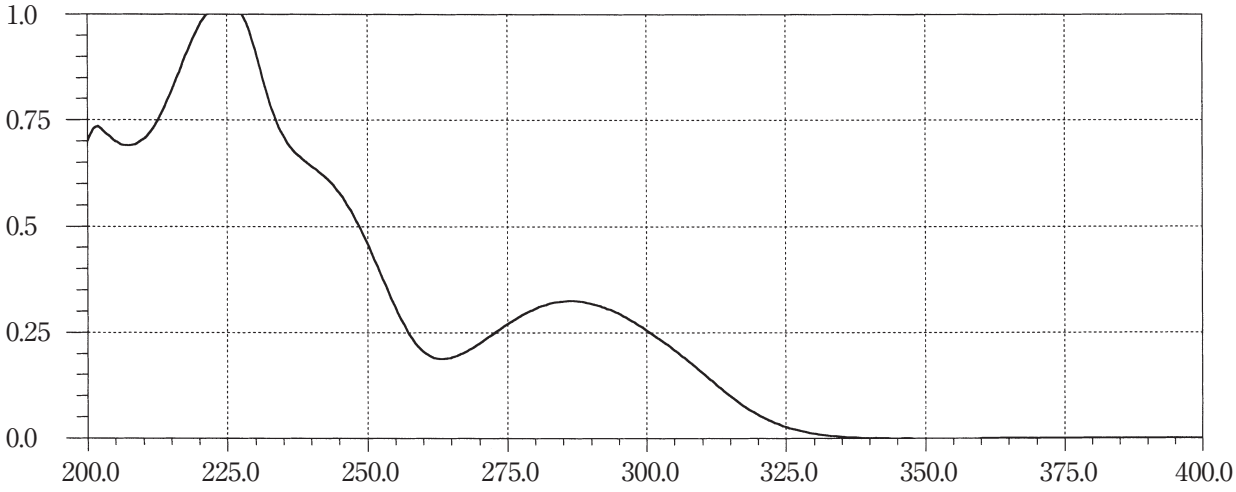
メタノール溶液（1→2000）

ジブカイン塩酸塩



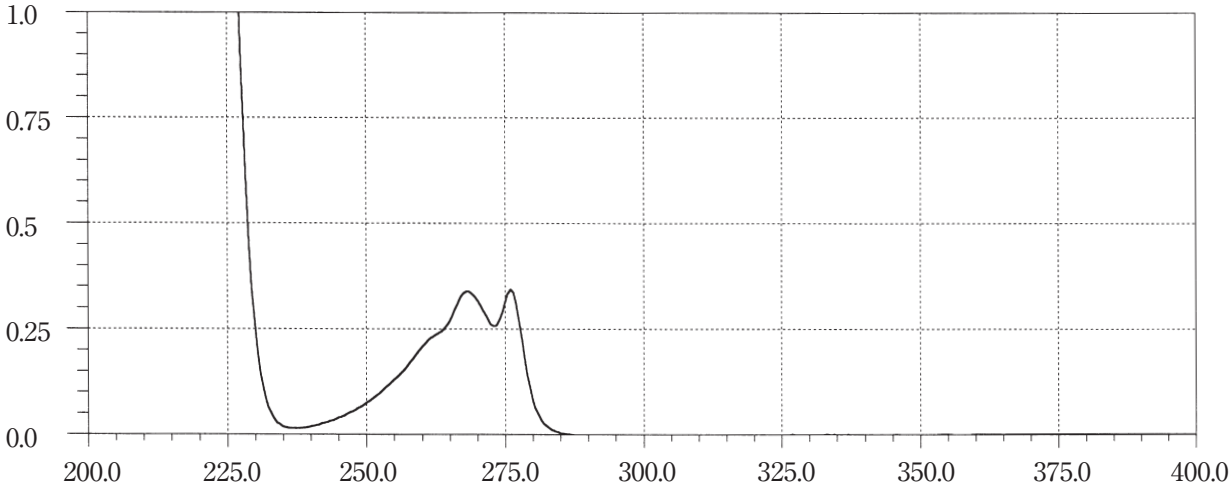
1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

シプロヘプタジン塩酸塩水和物



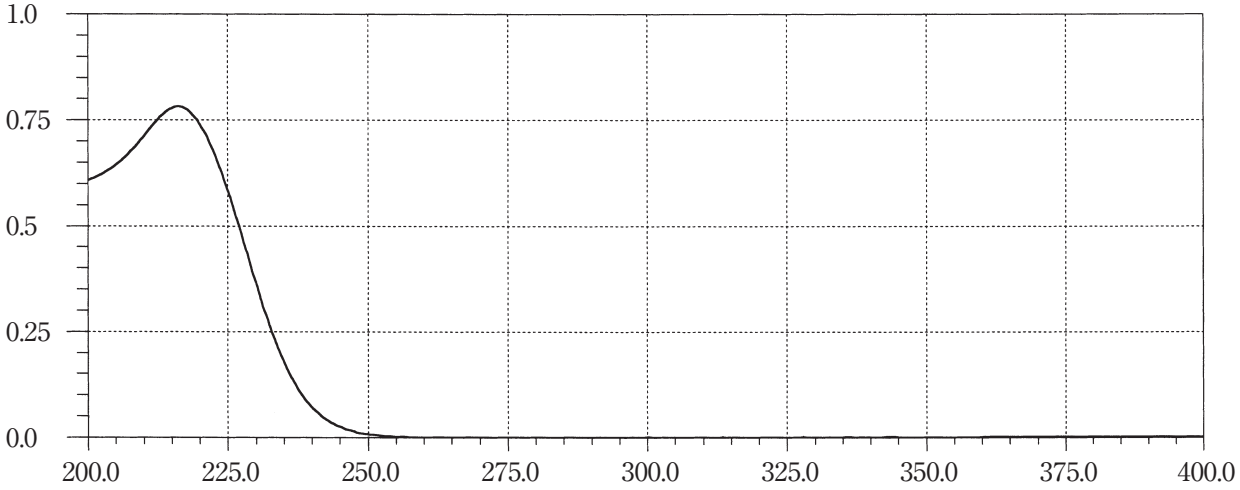
エタノール（95）溶液（1→100000）

ジメモルファンリン酸塩



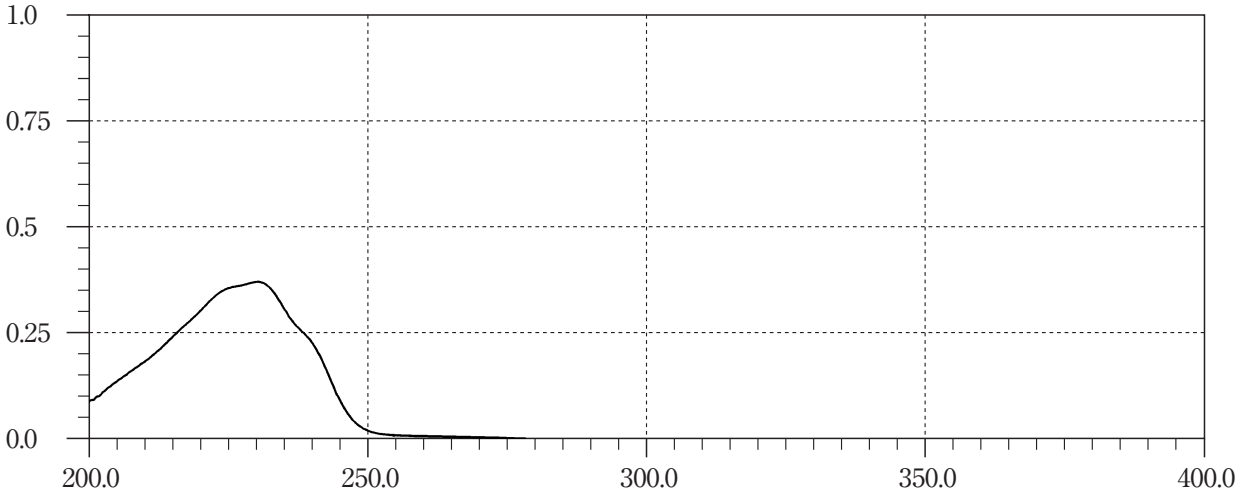
水溶液（1→5000）

ジモルホラミン



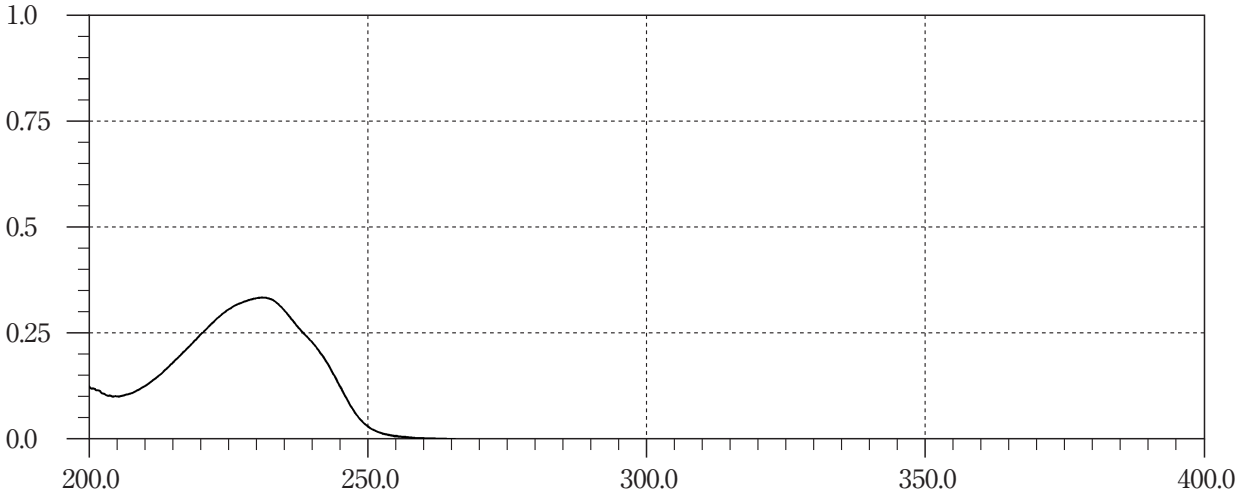
水溶液（1→50000）

ジョサマイシン



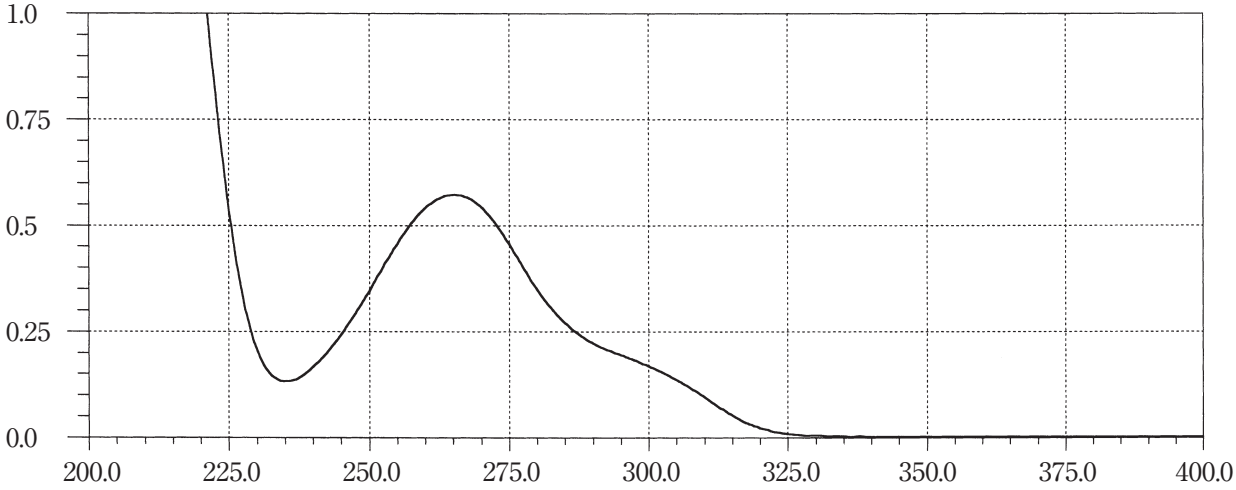
メタノール溶液（1→100000）

ジョサマイシンプロピオン酸エステル



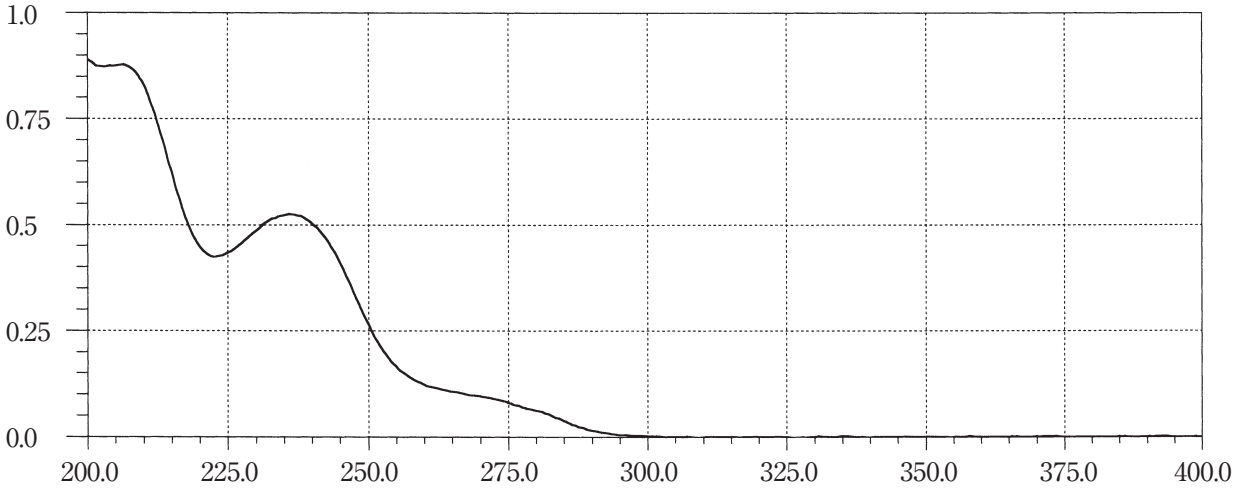
メタノール溶液（1→100000）

ジラゼプ塩酸塩水和物



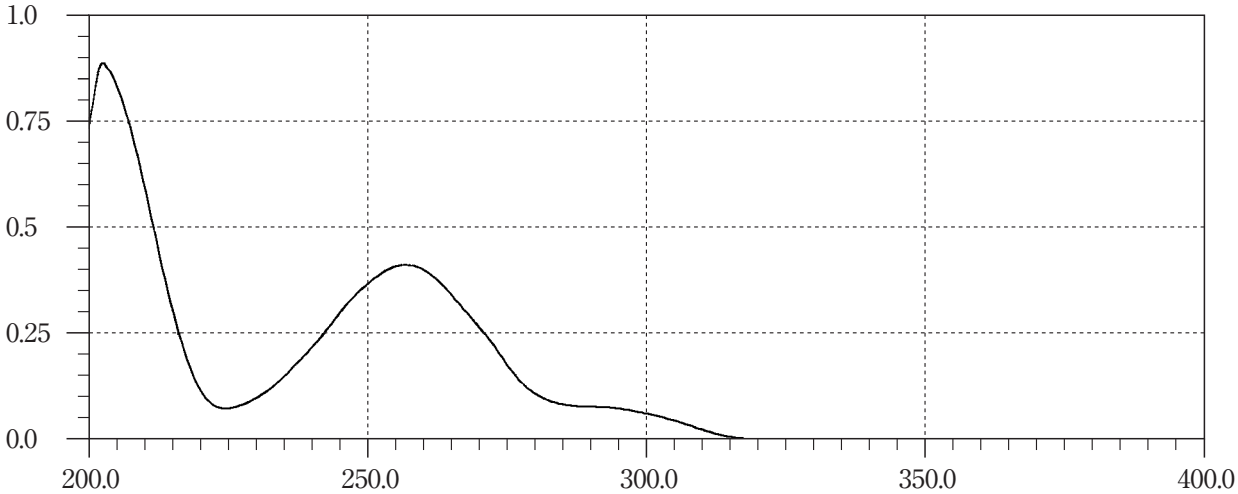
水溶液（1→50000）

ジルチアゼム塩酸塩



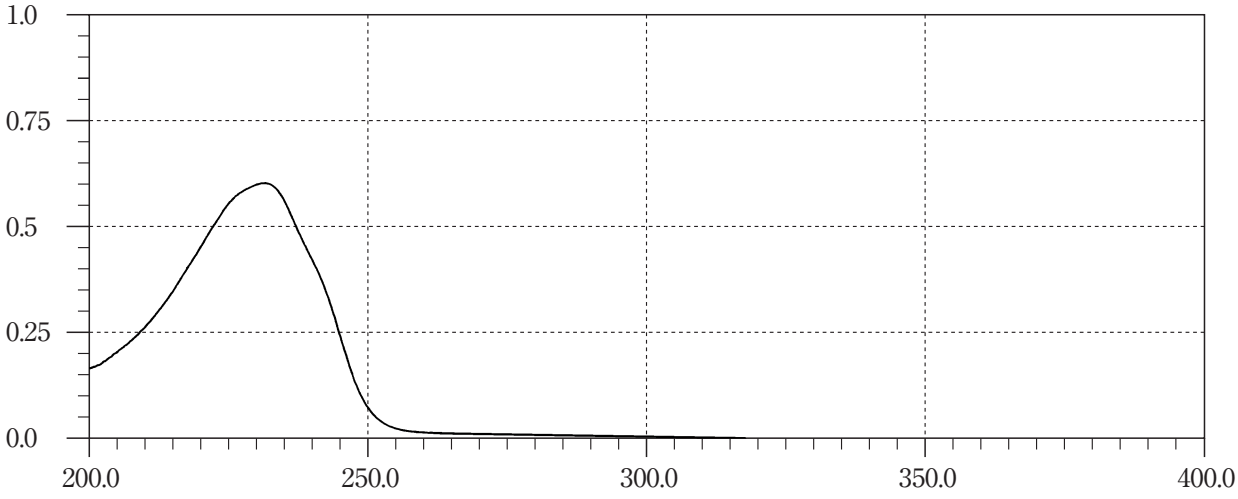
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

シロスタゾール



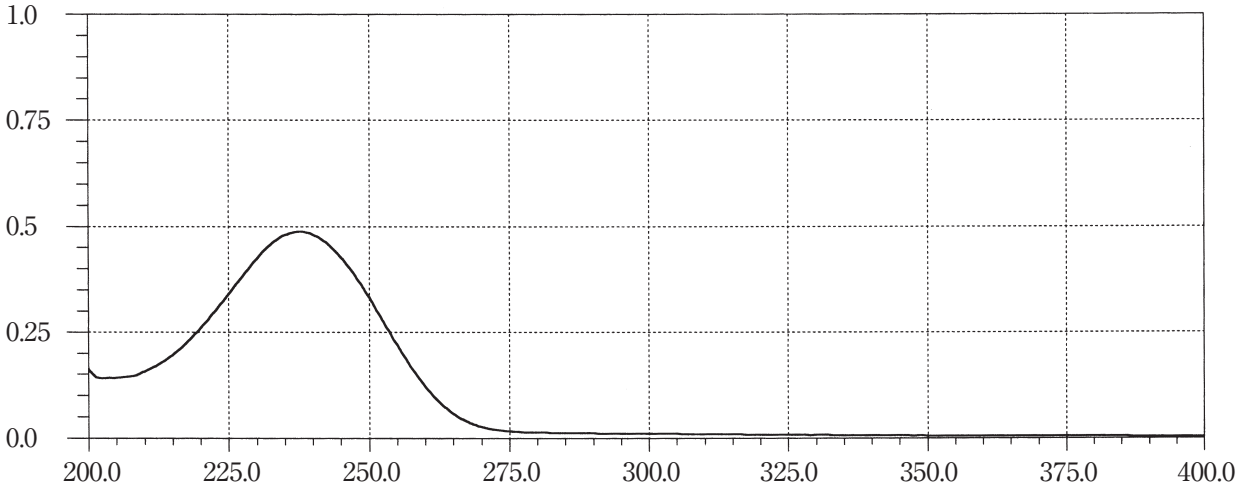
メタノール溶液（1→100000）

スピラマイシン酢酸エステル



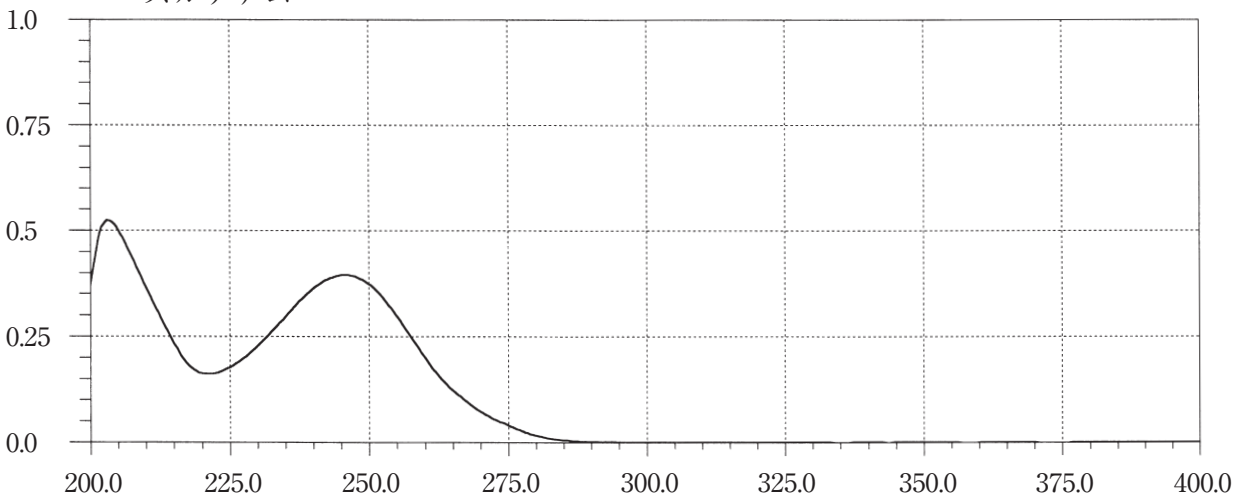
メタノール溶液（1→50000）

スピロノラクトン



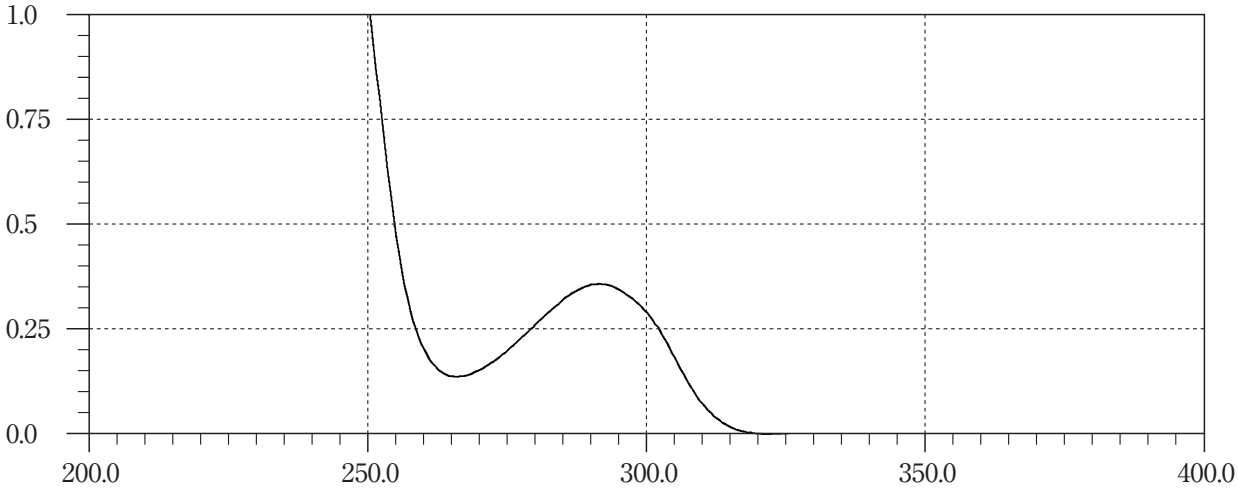
メタノール溶液（1→100000）

スルチアム



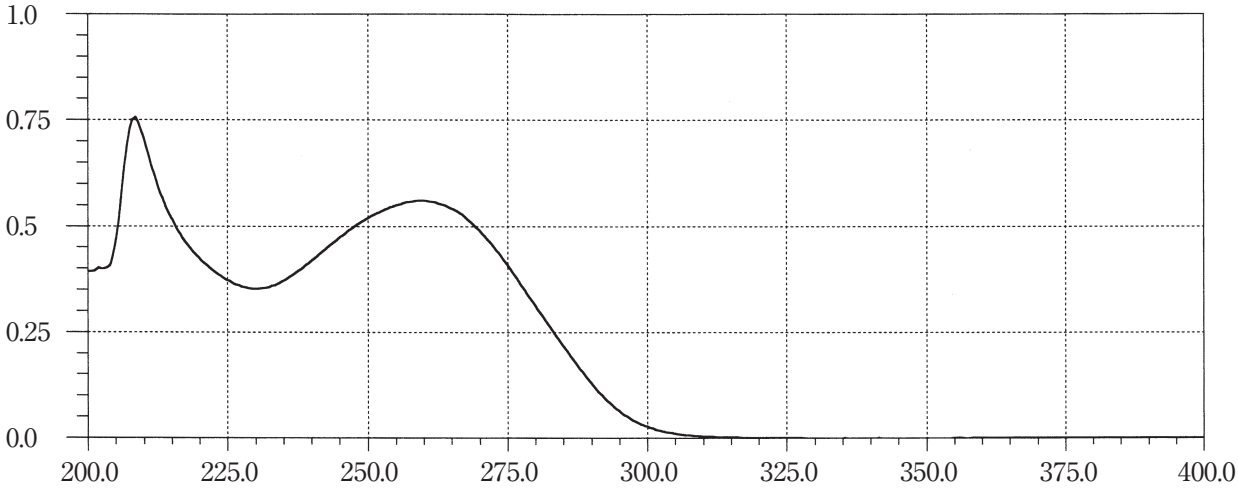
メタノール溶液（1→100000）

スルピリド



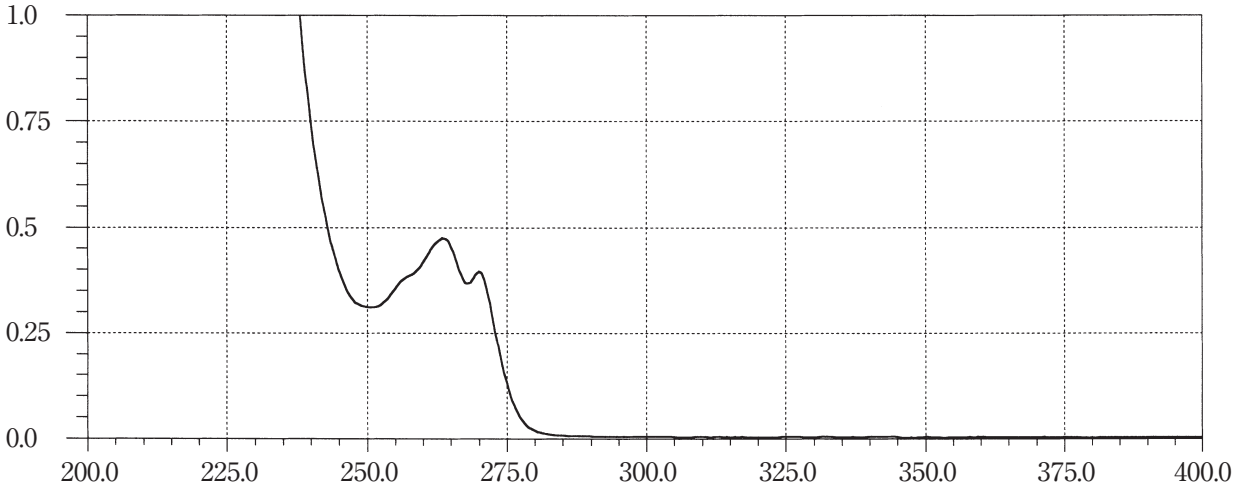
0.05mol/L硫酸試液溶液(1→1000)，この液5mLに水を加えて100mL
対照：水

スルフィンピラゾン



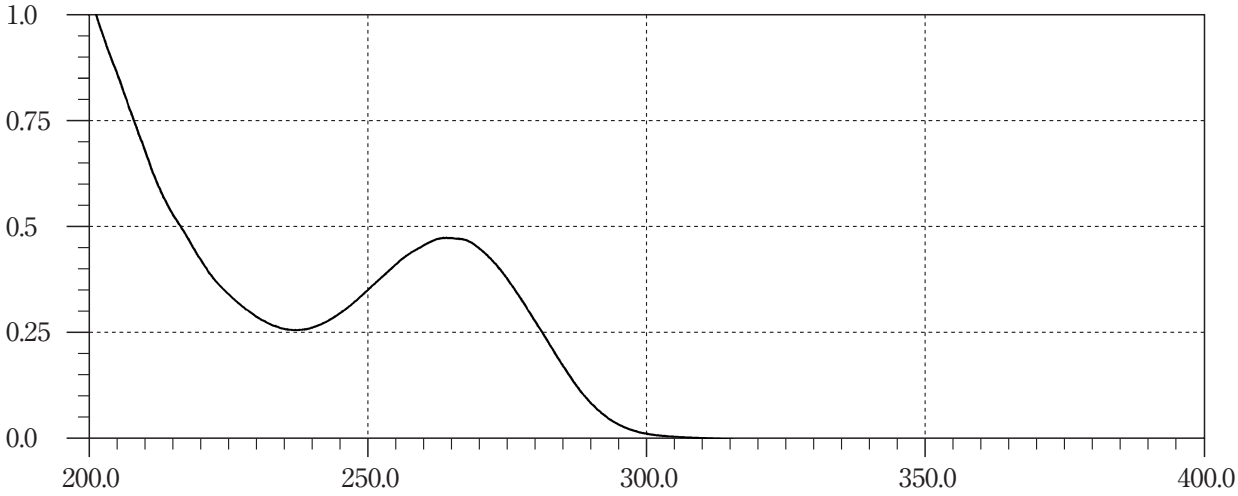
0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)

セトラキサート塩酸塩



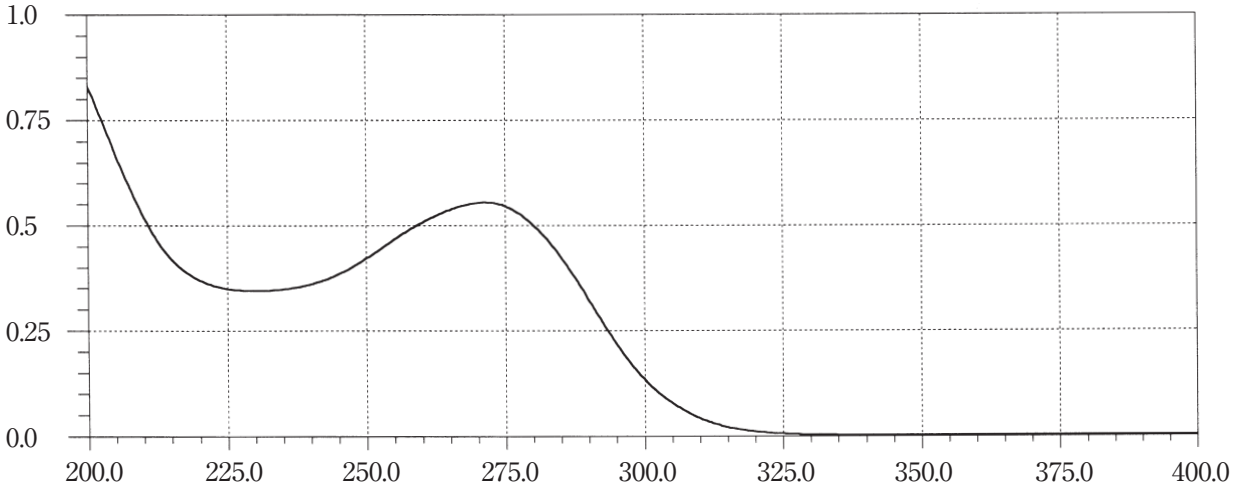
メタノール溶液(1→2500)

セファクロル



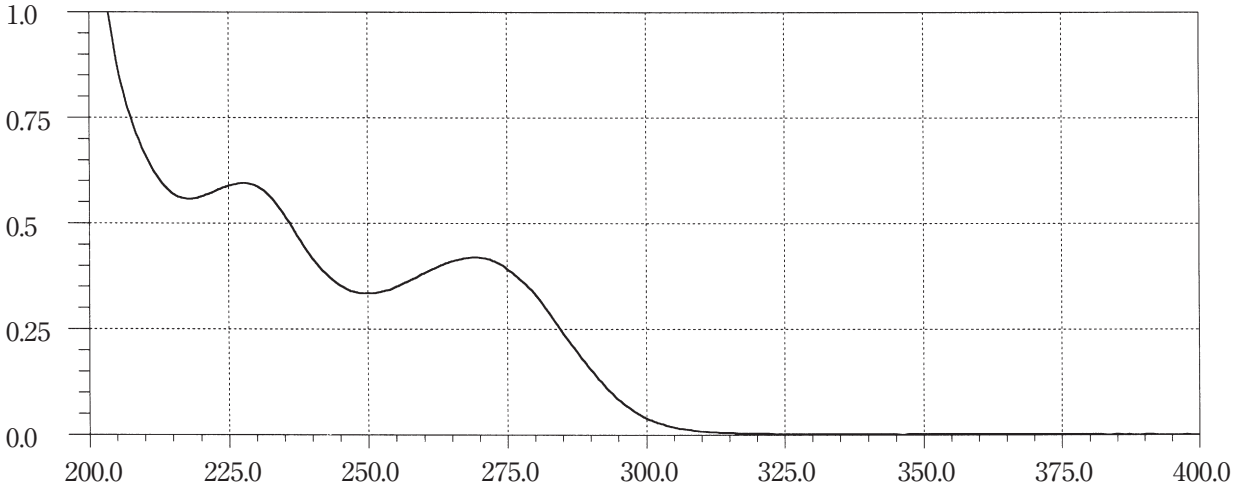
水溶液（1→50000）

セファゾリンナトリウム



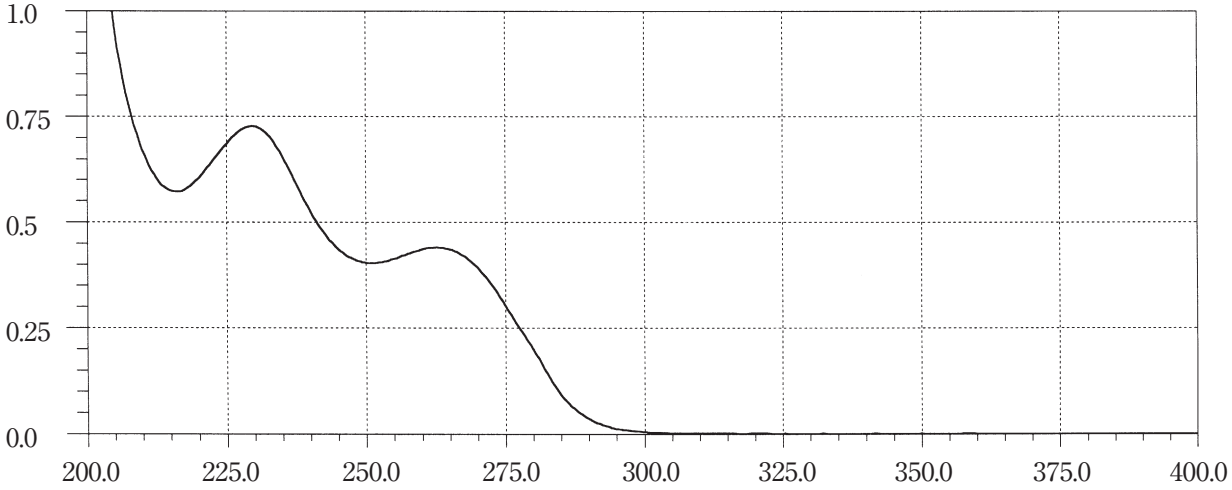
水溶液（1→50000）

セファトリジンプロピレングリコール



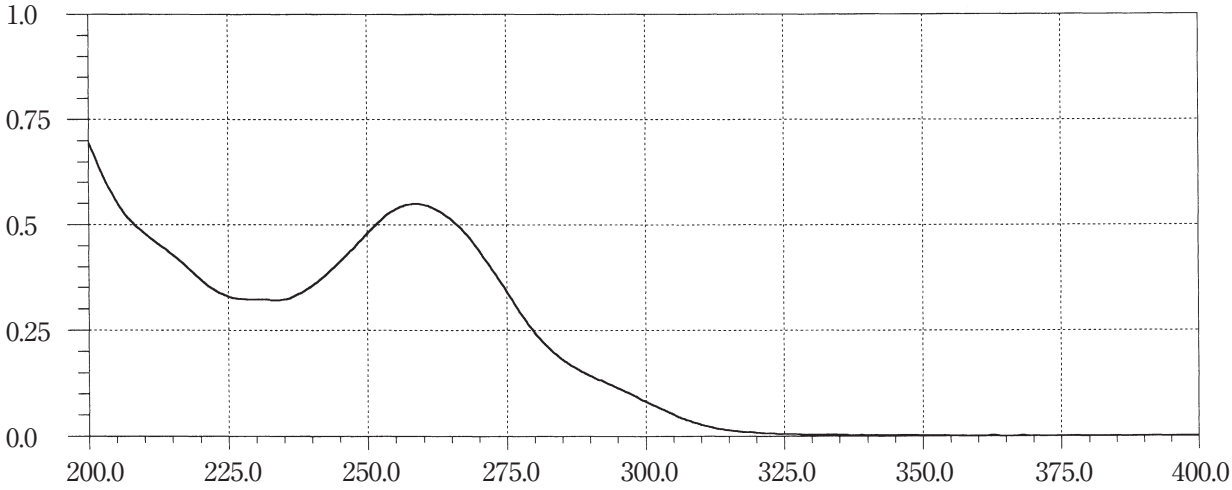
水溶液（1→50000）

セファドロキシル



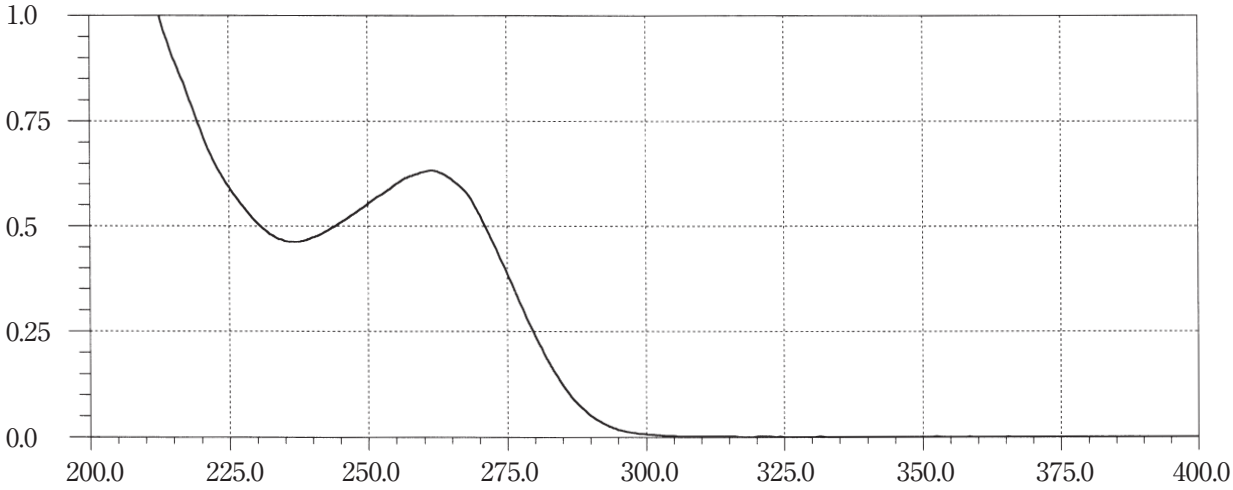
水溶液（1→50000）

セファピリンナトリウム



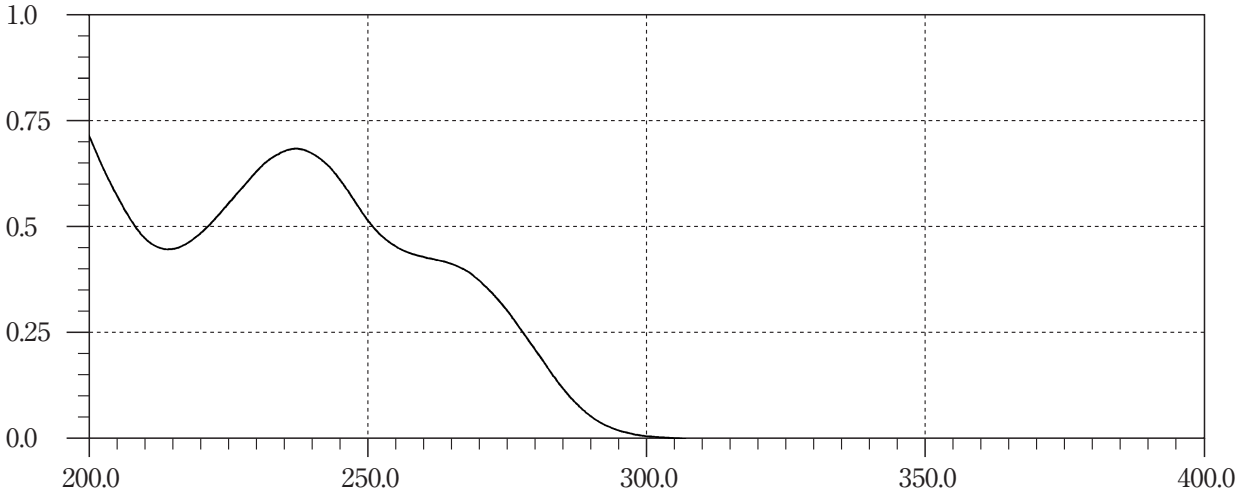
水溶液（3→200000）

セファレキシン



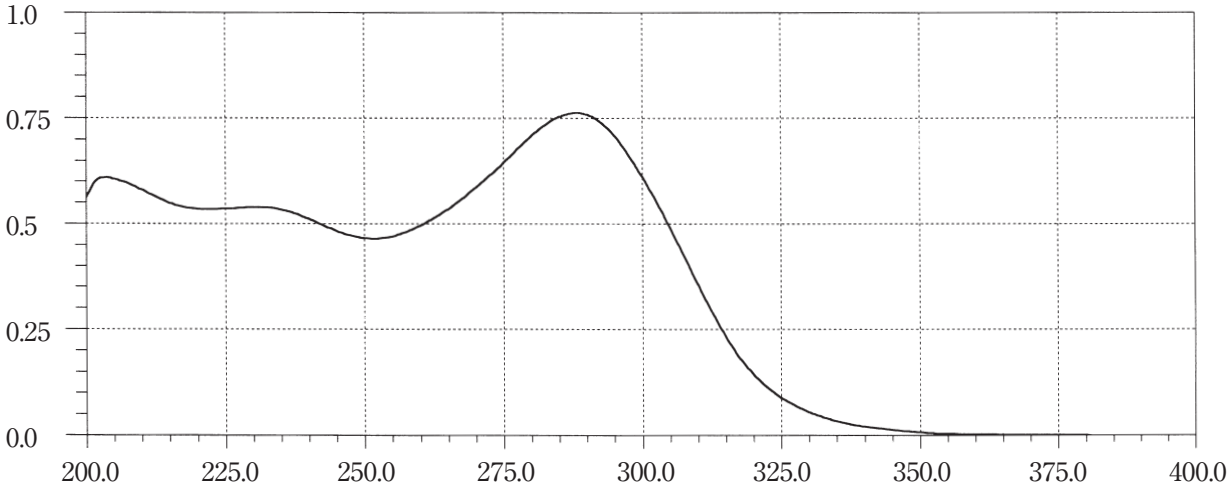
水溶液（3→100000）

セファロチンナトリウム



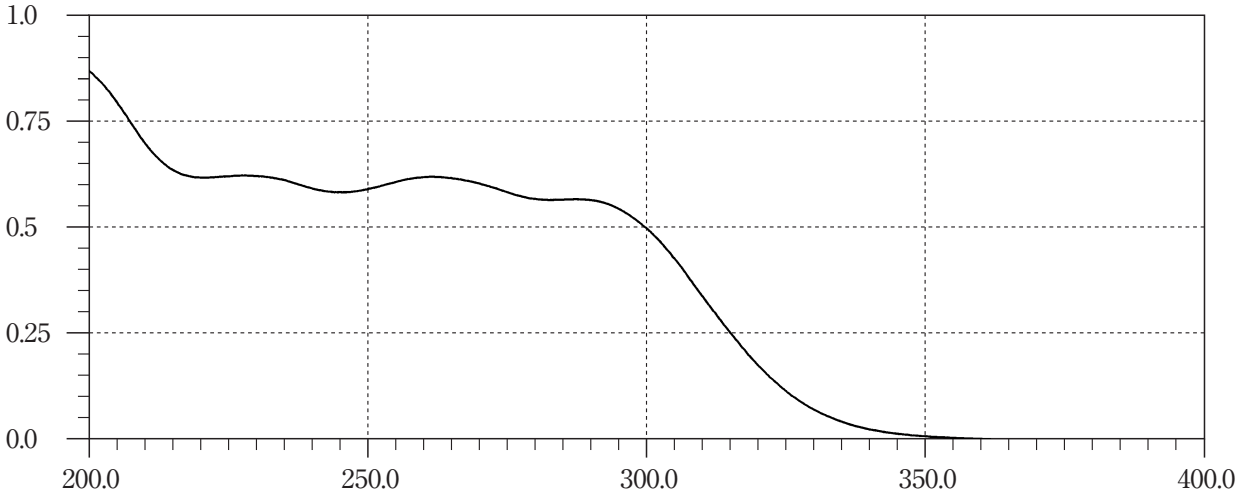
水溶液（1→50000）

セフィキシム



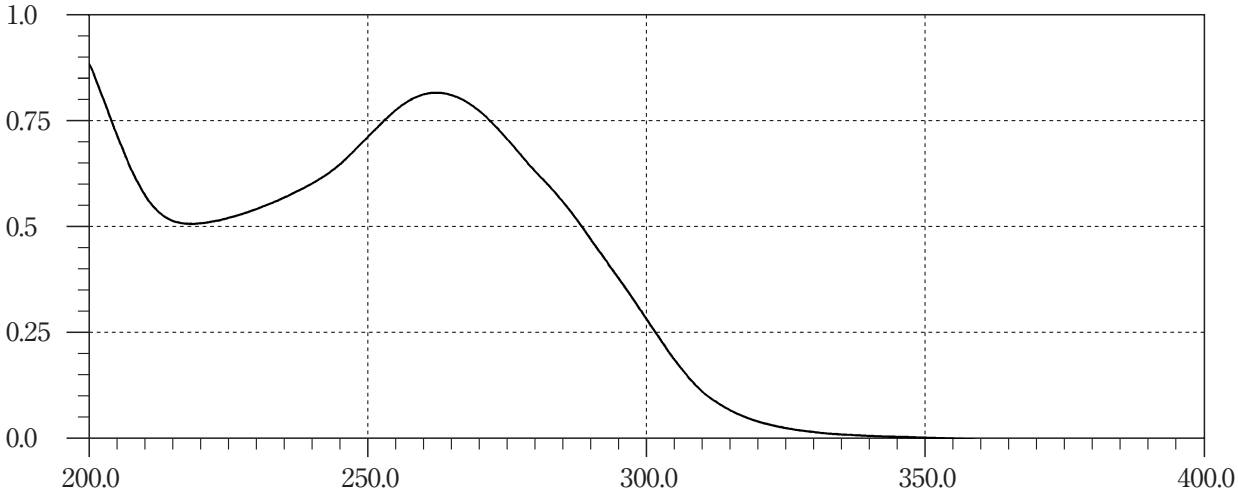
pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液（1→62500）

セフォジジムナトリウム



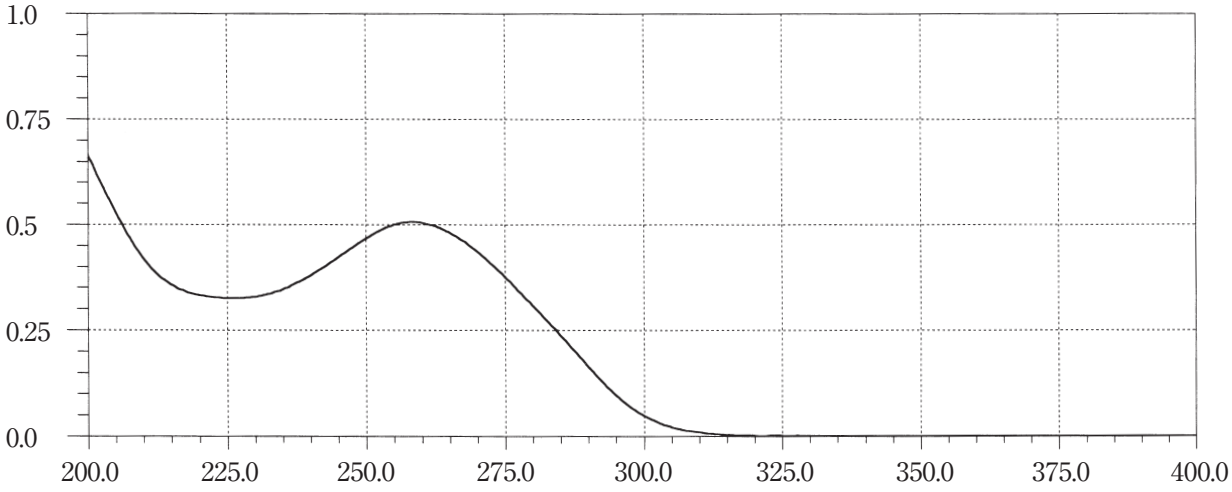
水溶液（1→50000）

セフォタキシムナトリウム



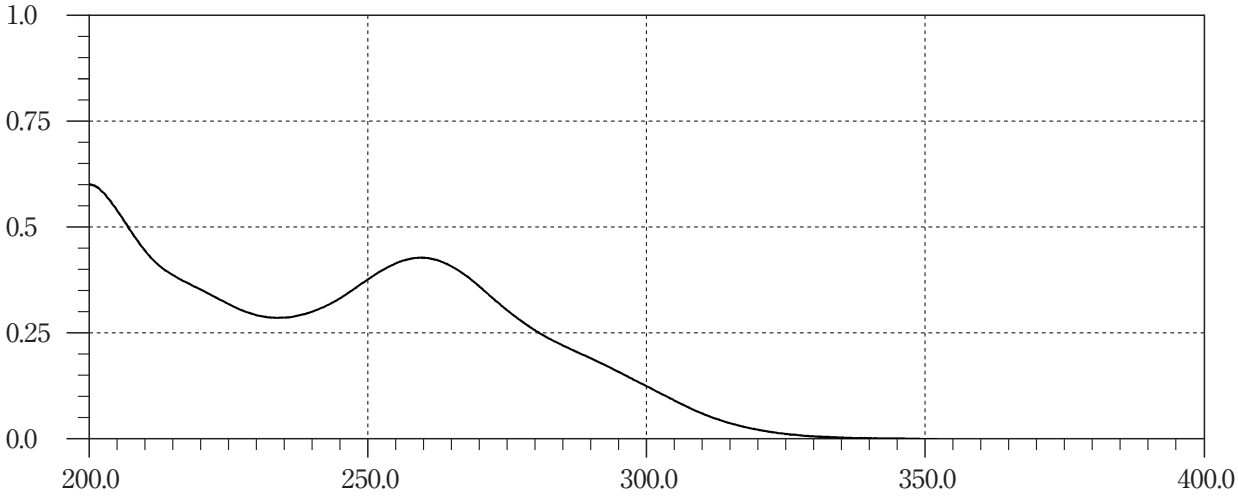
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

セフォチアム塩酸塩



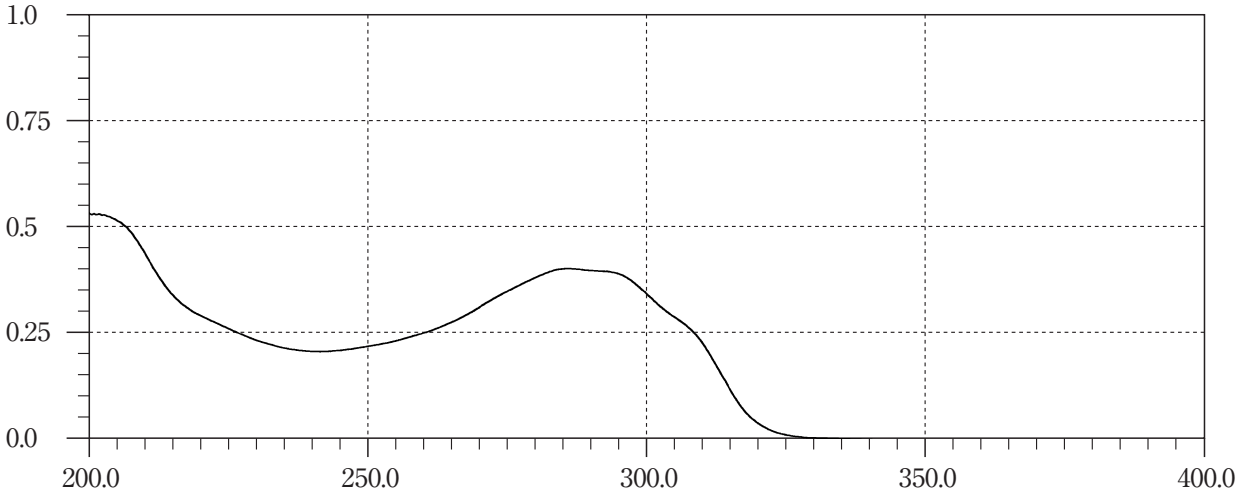
水溶液（1→50000）

セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩



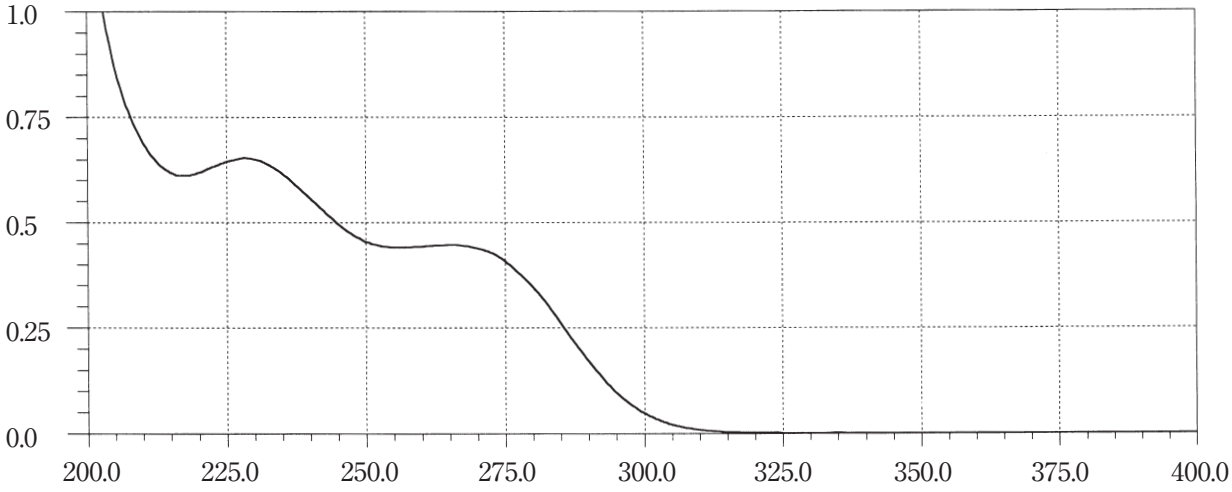
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→125000）

セフォテタン



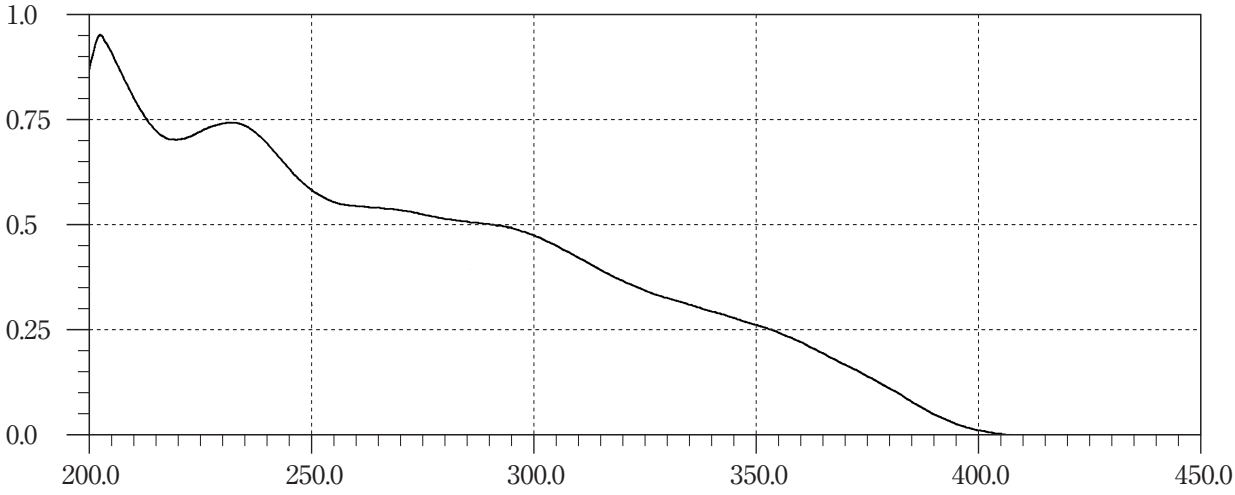
pH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液（1→100000）

セフォペラゾンナトリウム



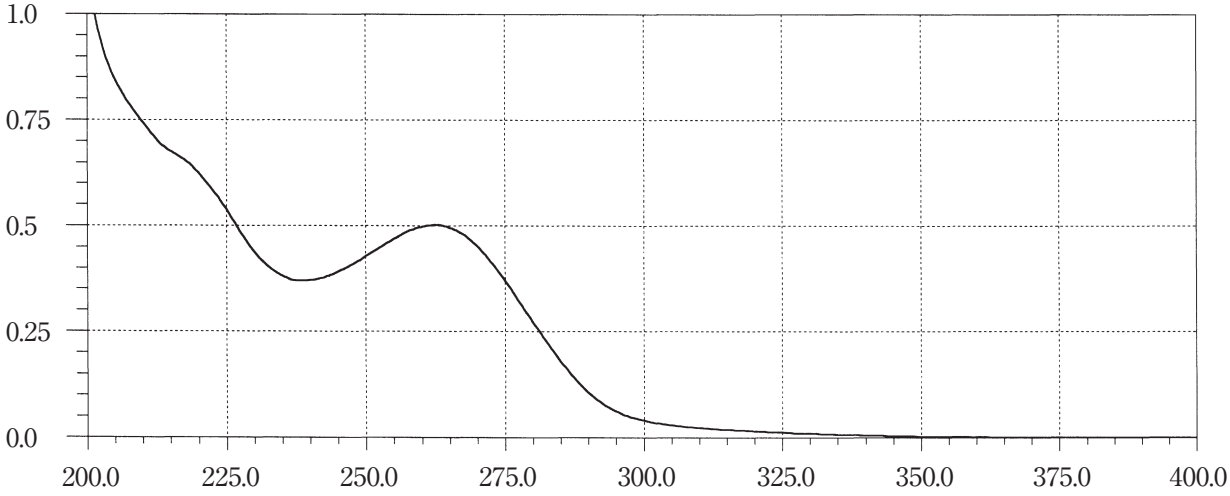
水溶液（1→50000）

セフジトレン　ピボキシル



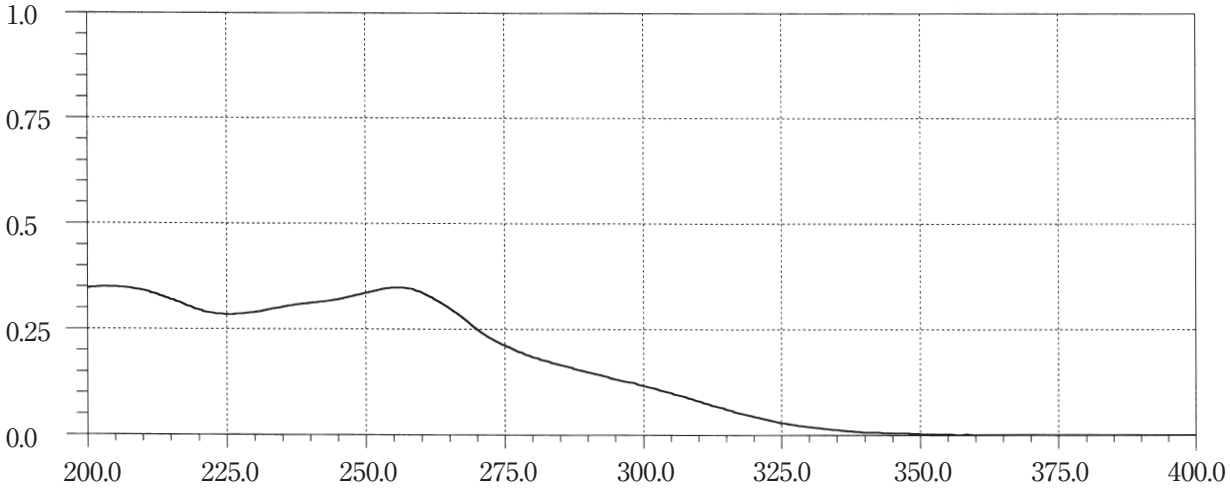
メタノール溶液（1→50000）

セフスロジンナトリウム



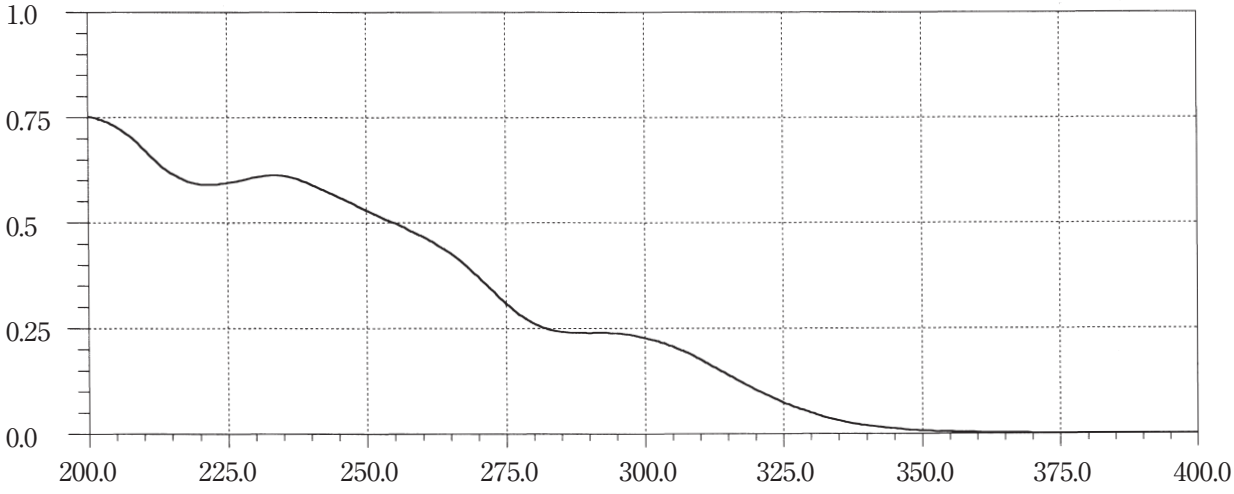
水溶液（1→50000）

セフタジジム水和物



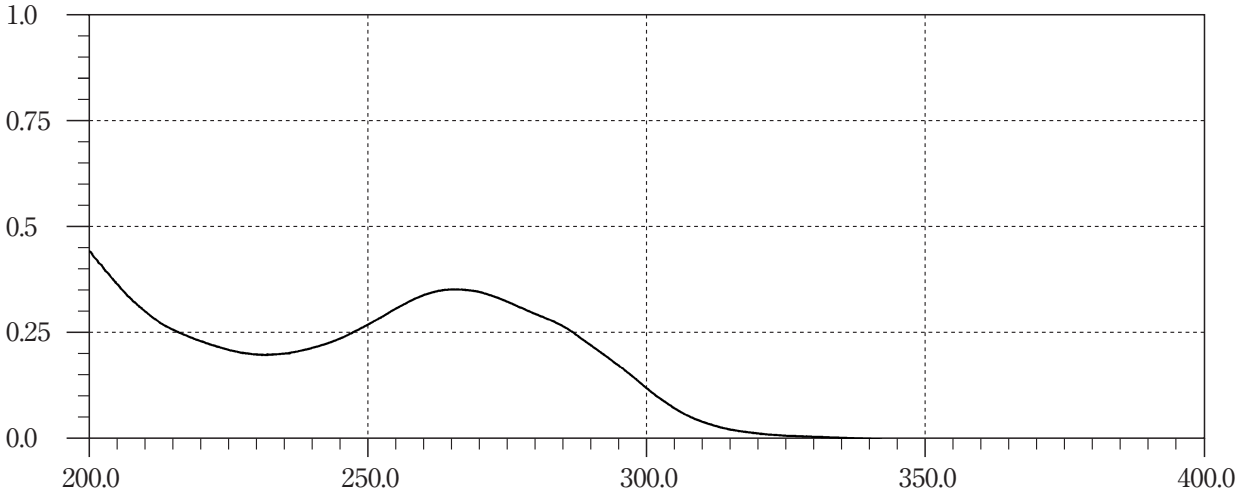
pH6.0のリン酸塩緩衝液溶液（1→100000）

セフチゾキシムナトリウム



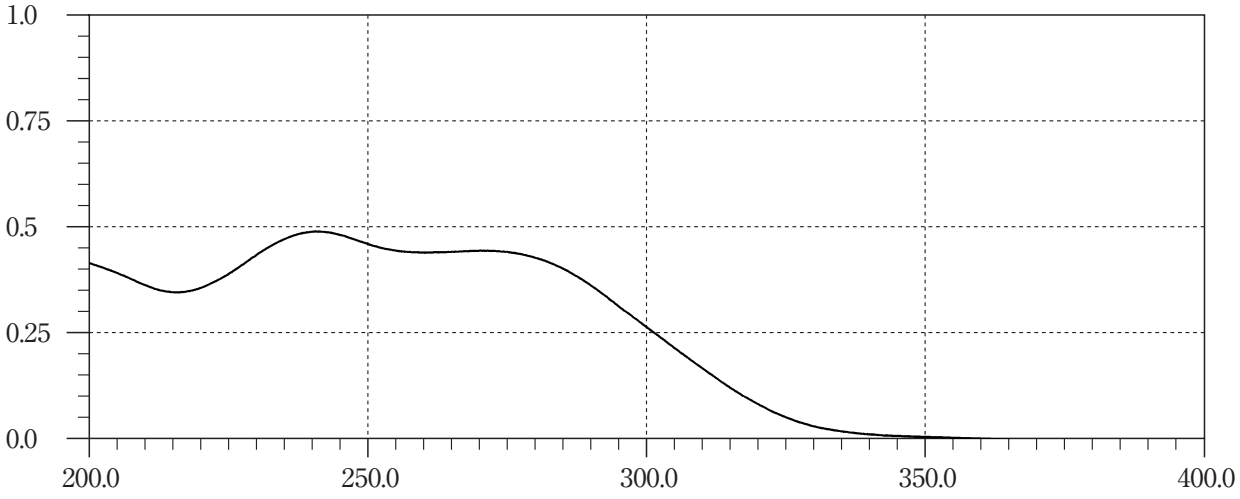
水溶液（1→63000）

セフテラム　ピボキシル



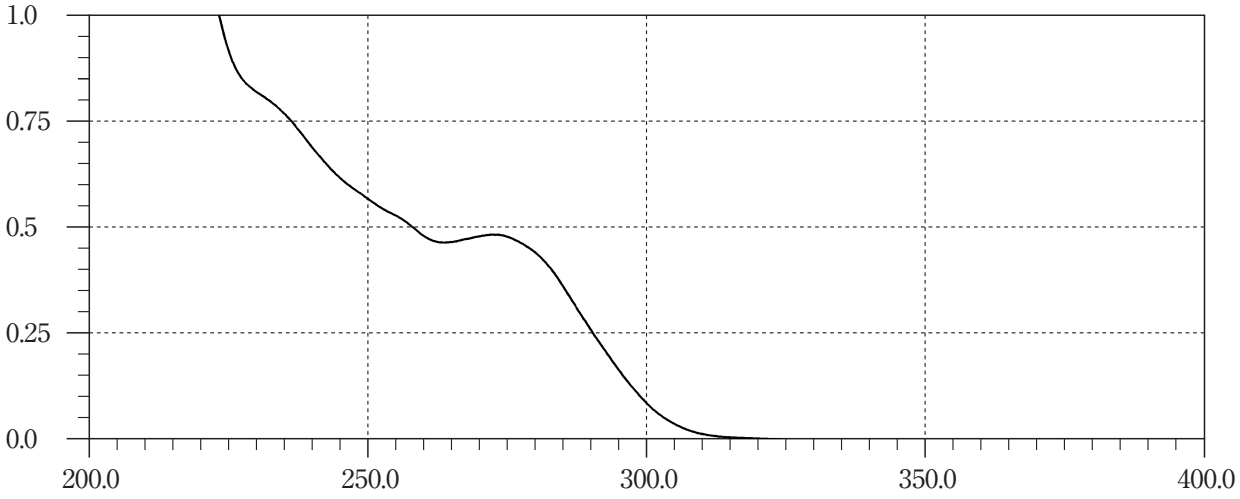
0.05mol/L塩酸･メタノール試液溶液（1→100000）

セフトリアキソンナトリウム水和物



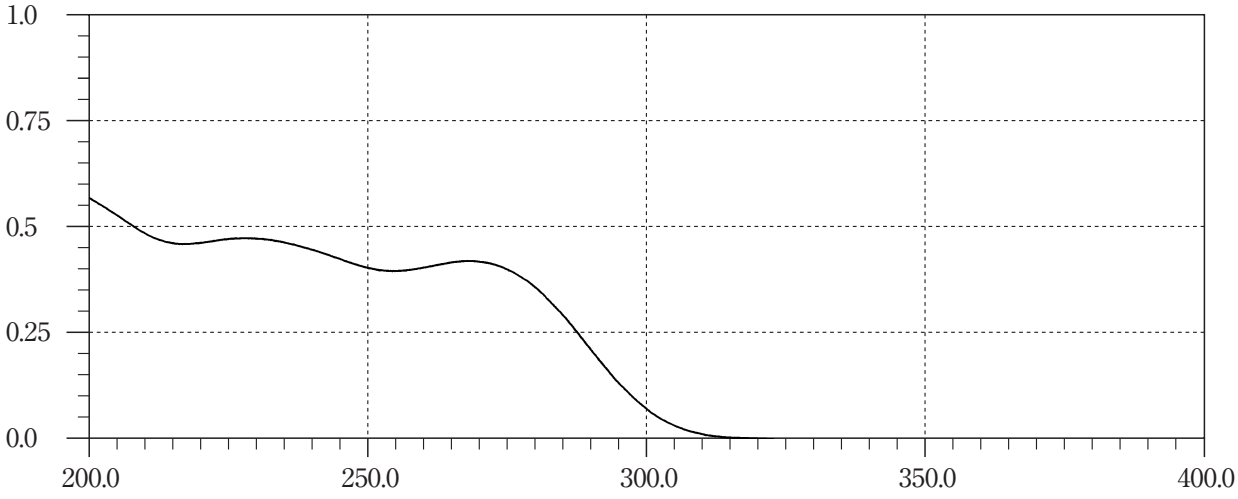
水溶液（1→100000）

セフピラミドナトリウム



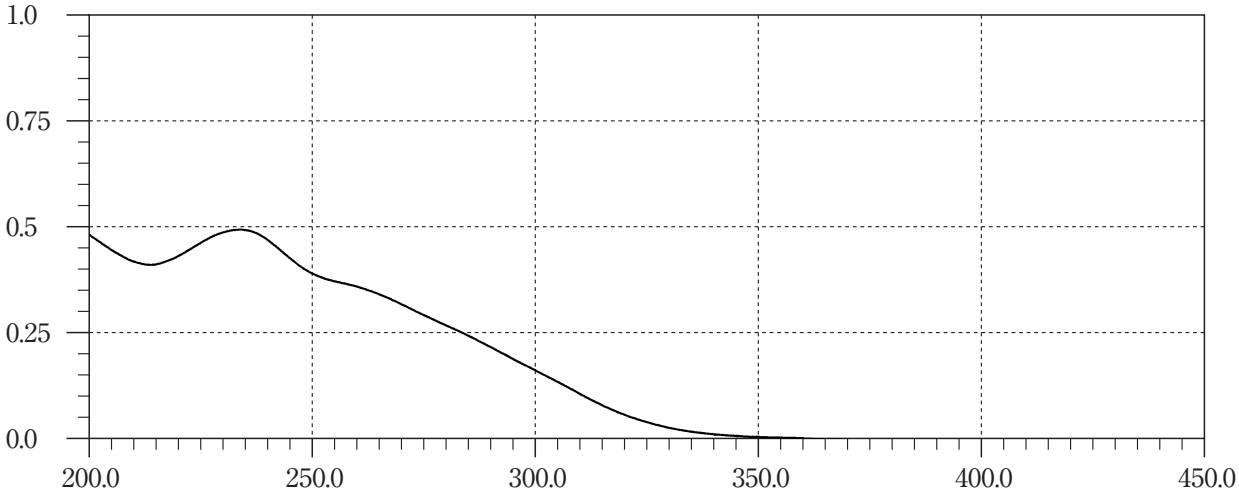
pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液（1→50000）

セフブペラゾンナトリウム



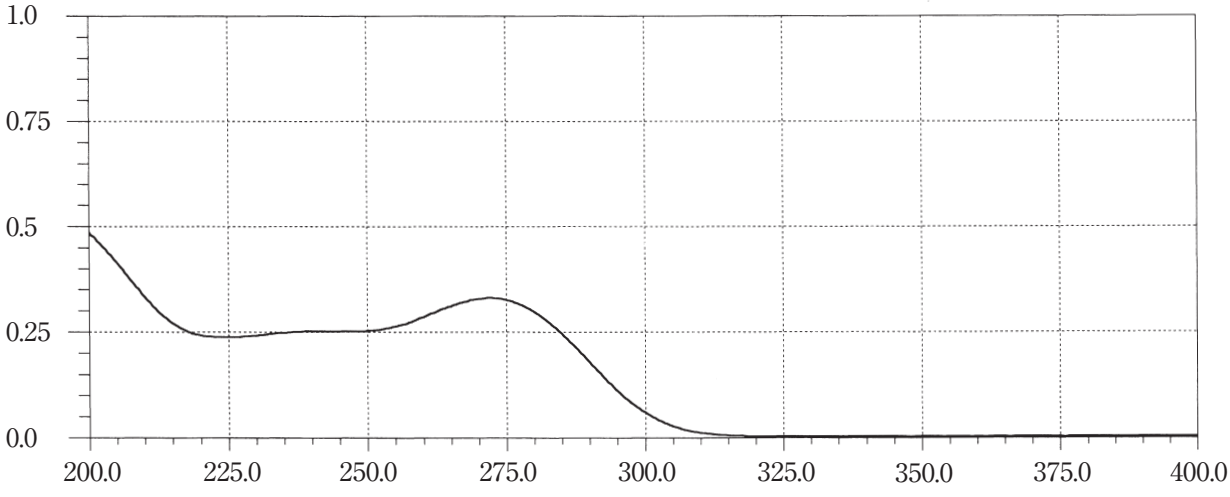
水溶液（1→50000）

セフポドキシム　プロキセチル



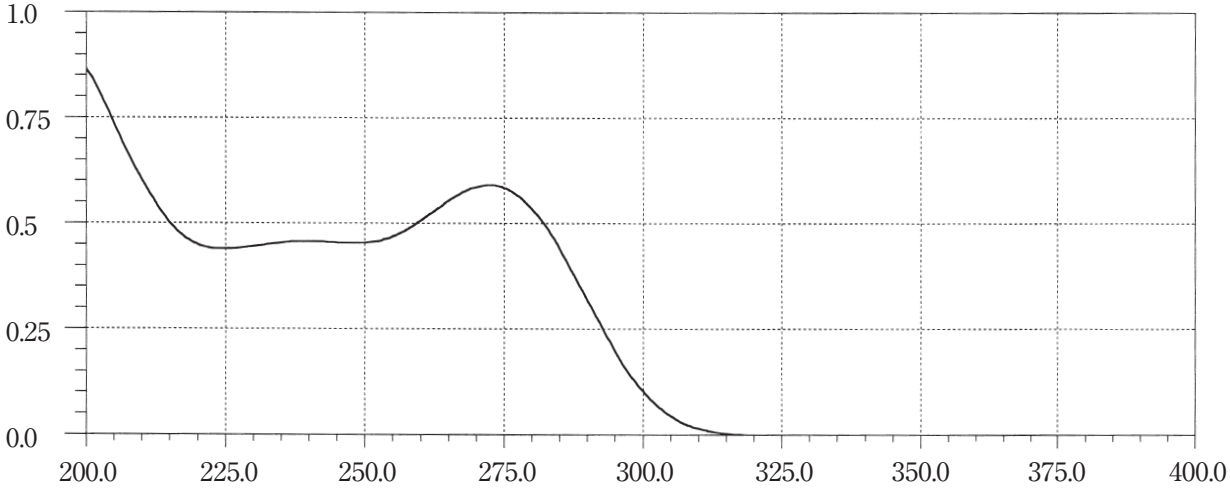
アセトニトリル溶液（3→200000）

セフミノクスナトリウム水和物



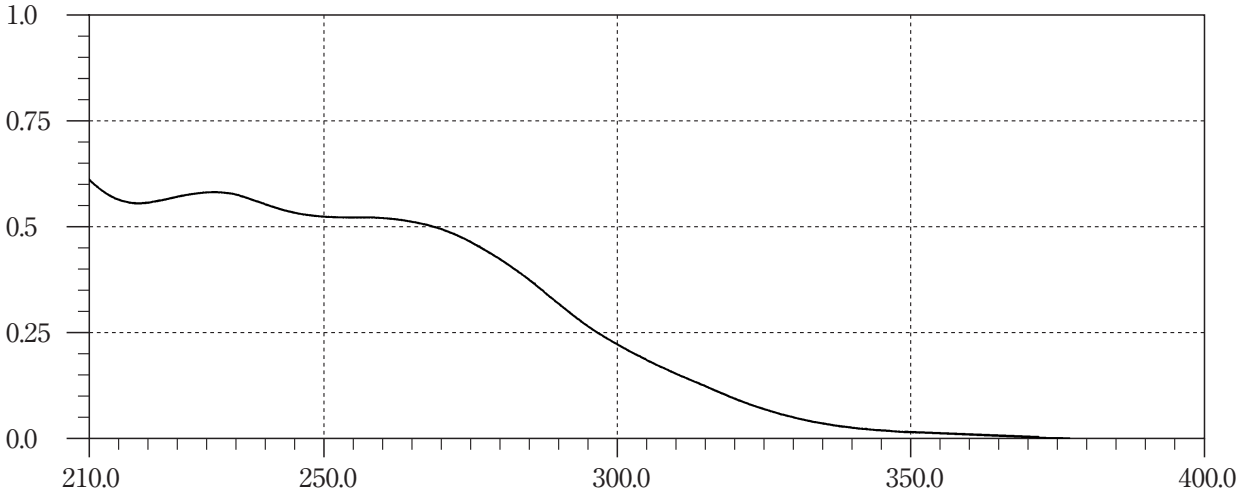
水溶液（1→50000）

セフメタゾールナトリウム



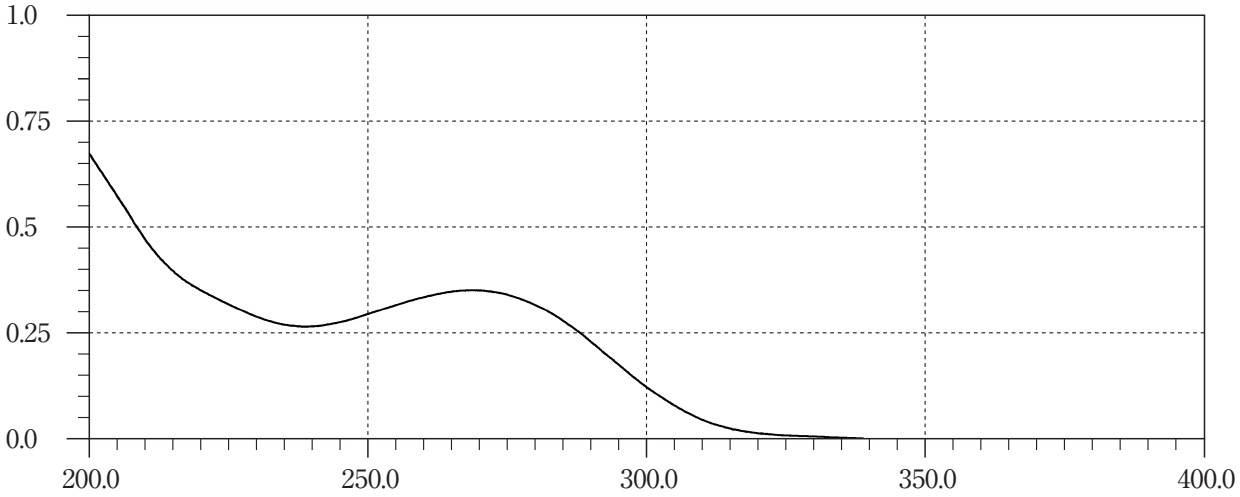
水溶液（1→40000）

セフメノキシム塩酸塩



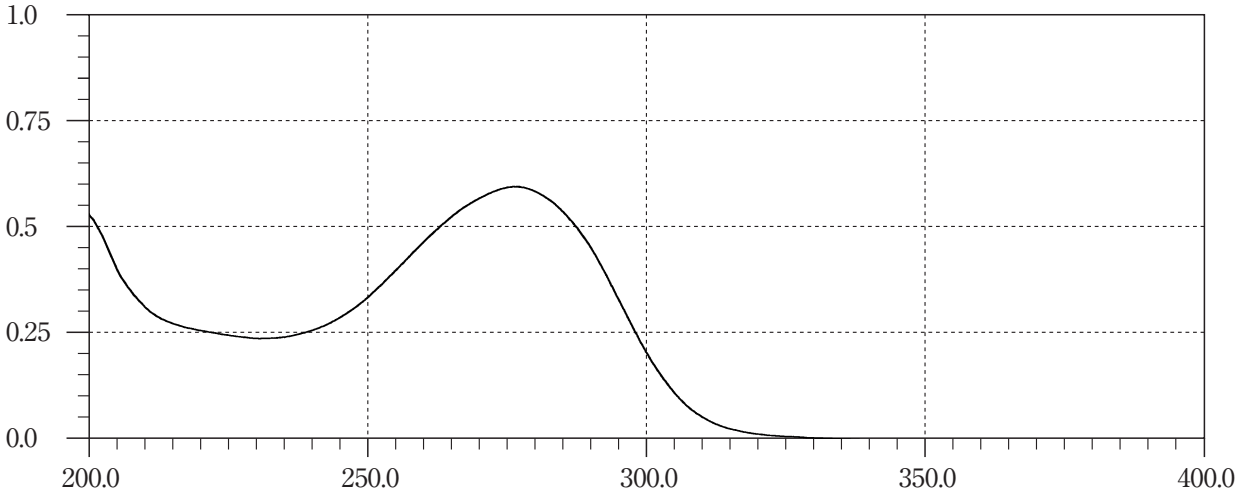
pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液（3→200000）

セフロキサジン水和物



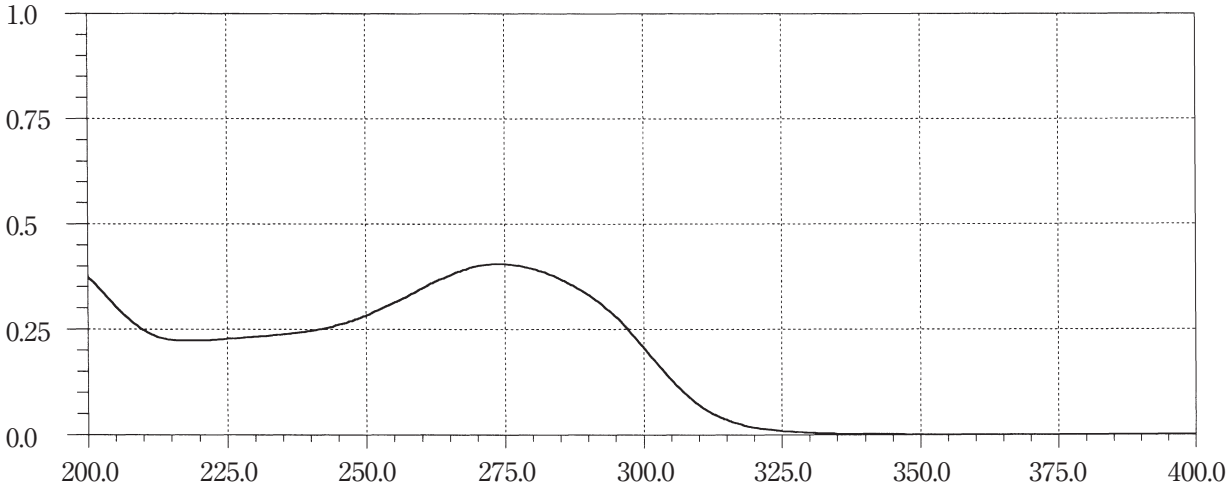
0.001mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

セフロキシム　アキセチル



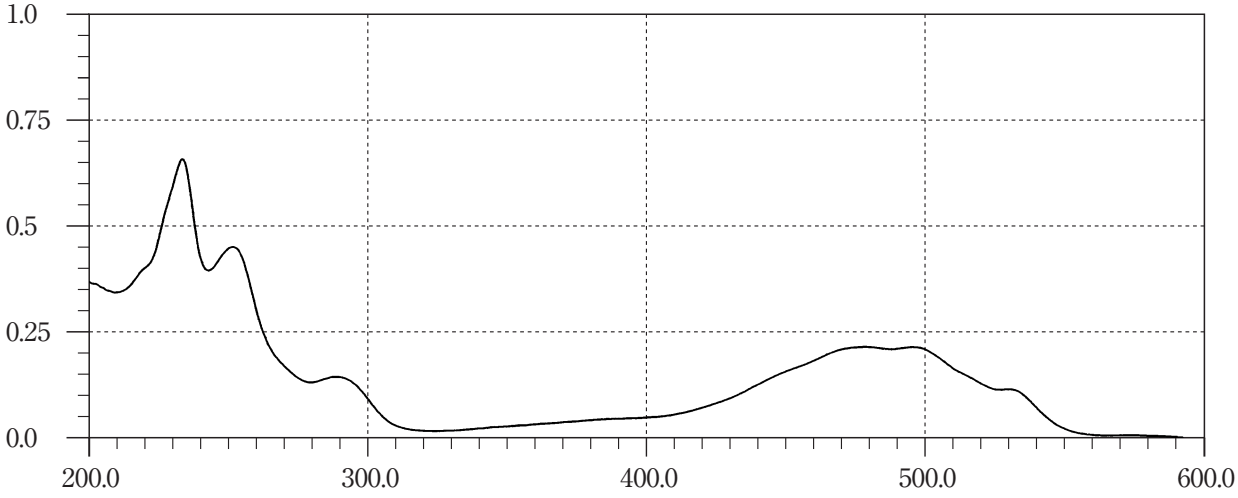
メタノール溶液（3→200000）

セフロキシムナトリウム



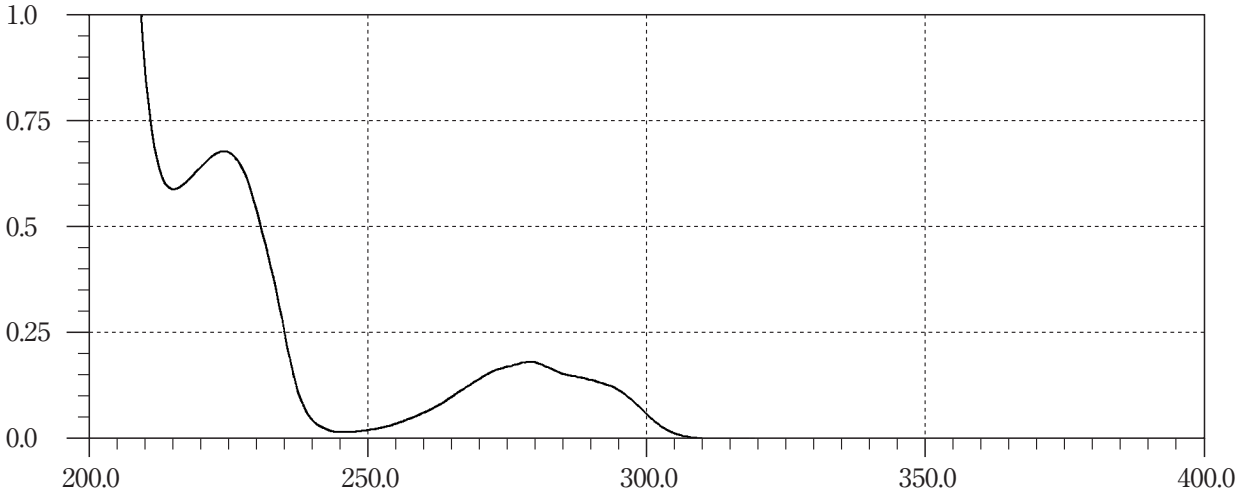
水溶液（1→100000）

ダウノルビシン塩酸塩



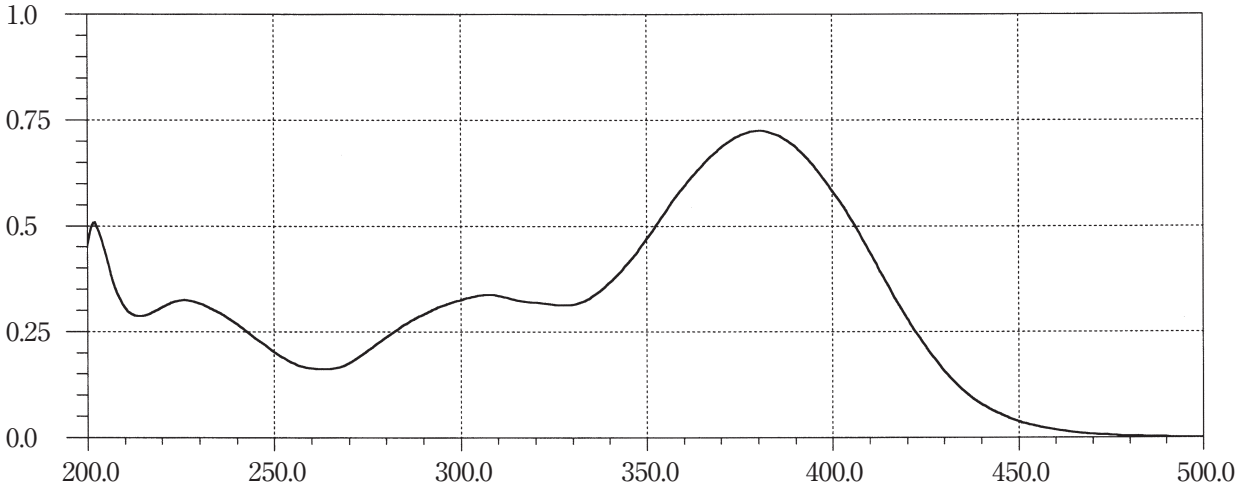
メタノール溶液（1→100000）

タムスロシン塩酸塩



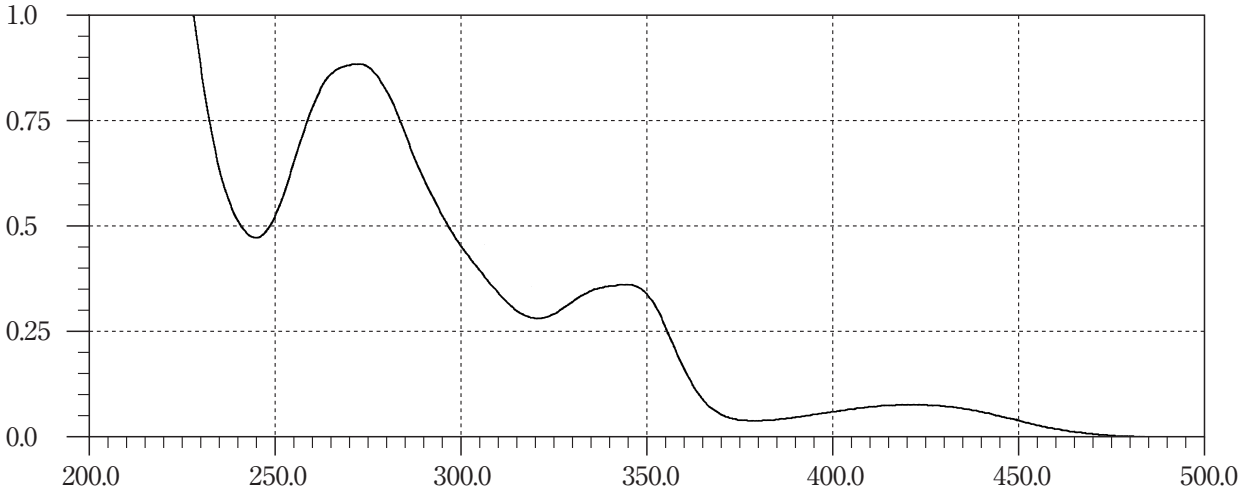
水溶液（3→160000）

ダントロレンナトリウム水和物



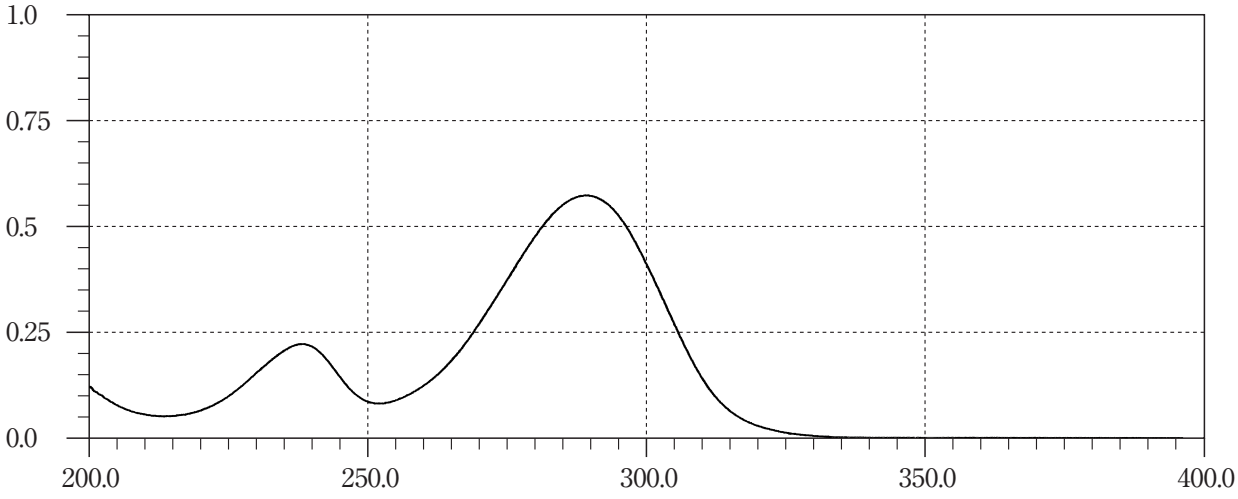
メタノール溶液（1→100000）

タンニン酸ベルベリン



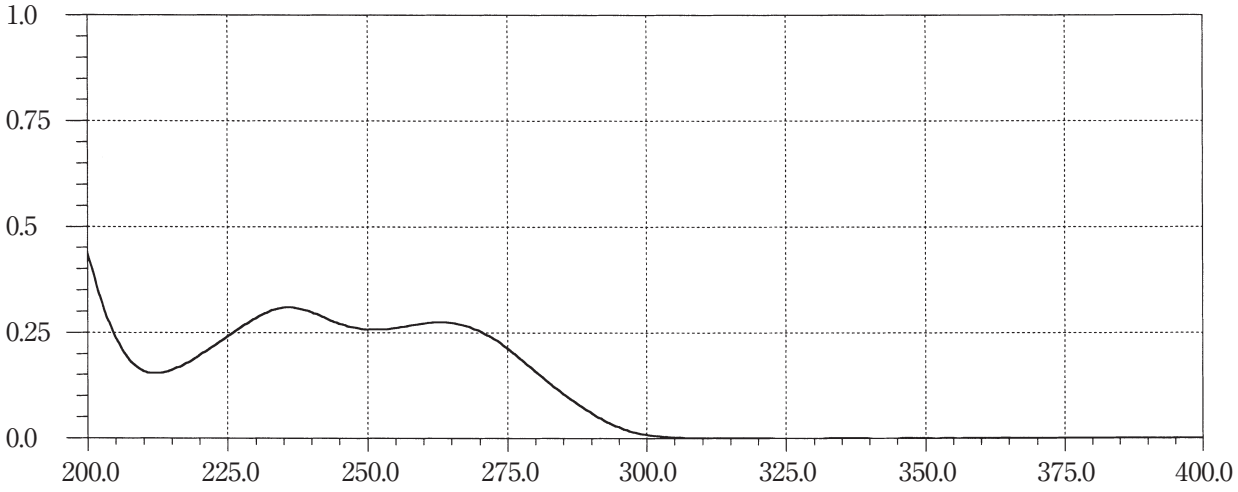
本品0.01g＋メタノール10mL＋1mol/L塩酸試液0.4mL＋水を加えて200mL，
この液8mLに水を加えて25mL

チアミラールナトリウム



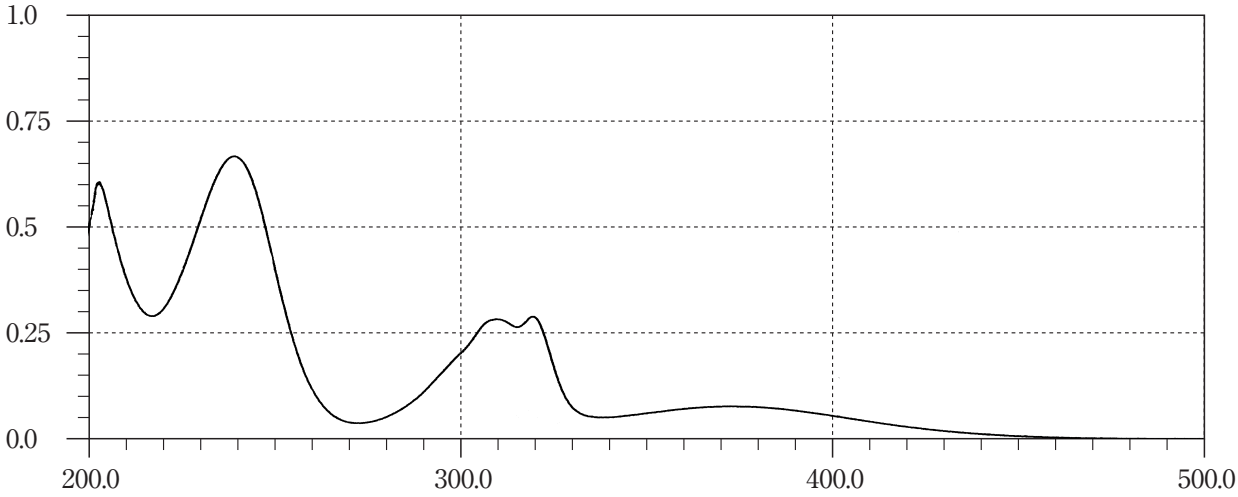
エタノール(95)溶液(7→1000000)

チアミン塩化物塩酸塩



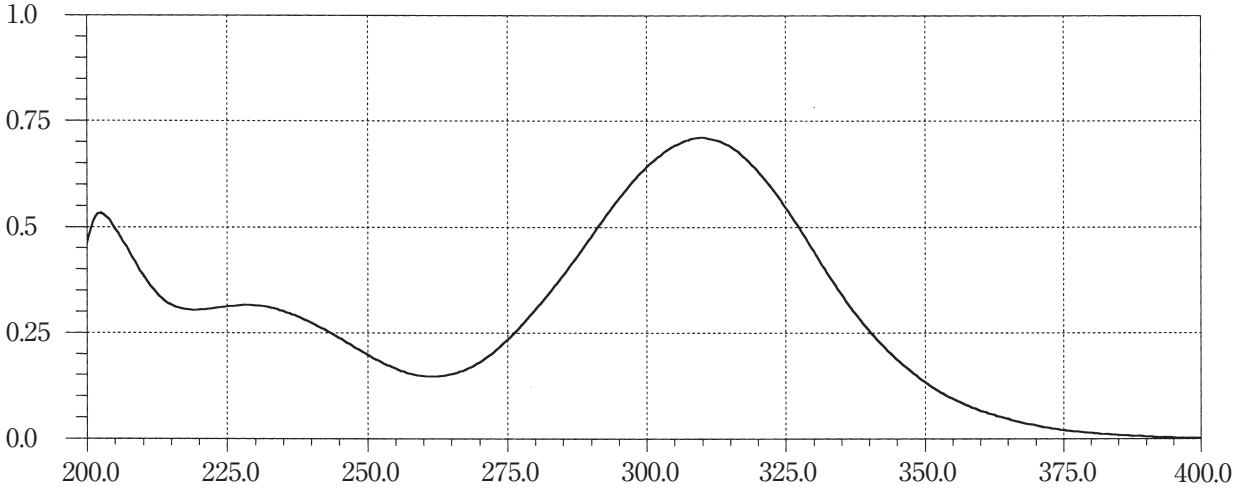
水溶液(1→100000)

チザニジン塩酸塩



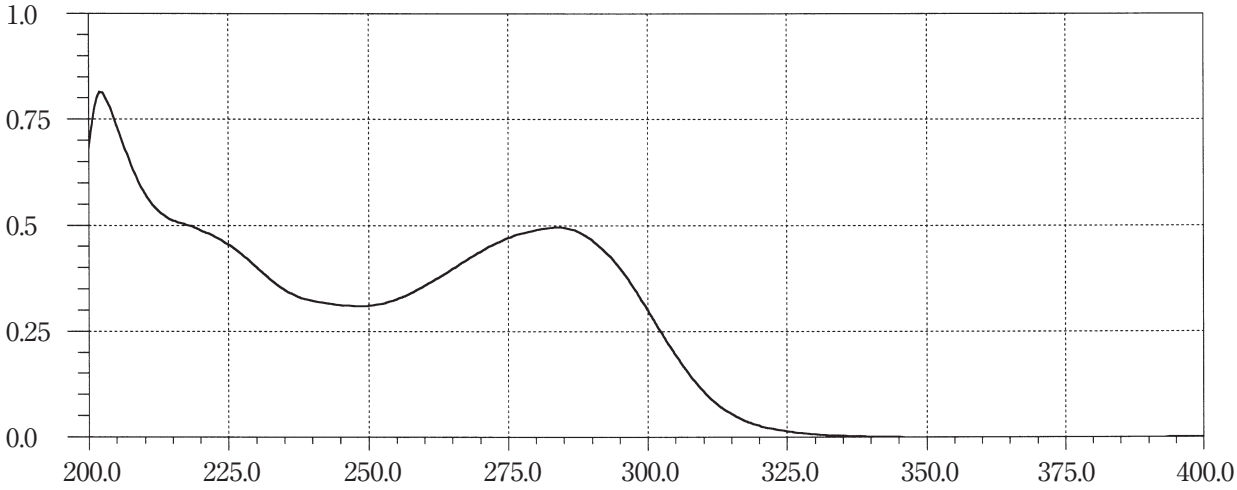
薄めた1mol/Lアンモニア試液(1→10)溶液(1→125000)

チニダゾール



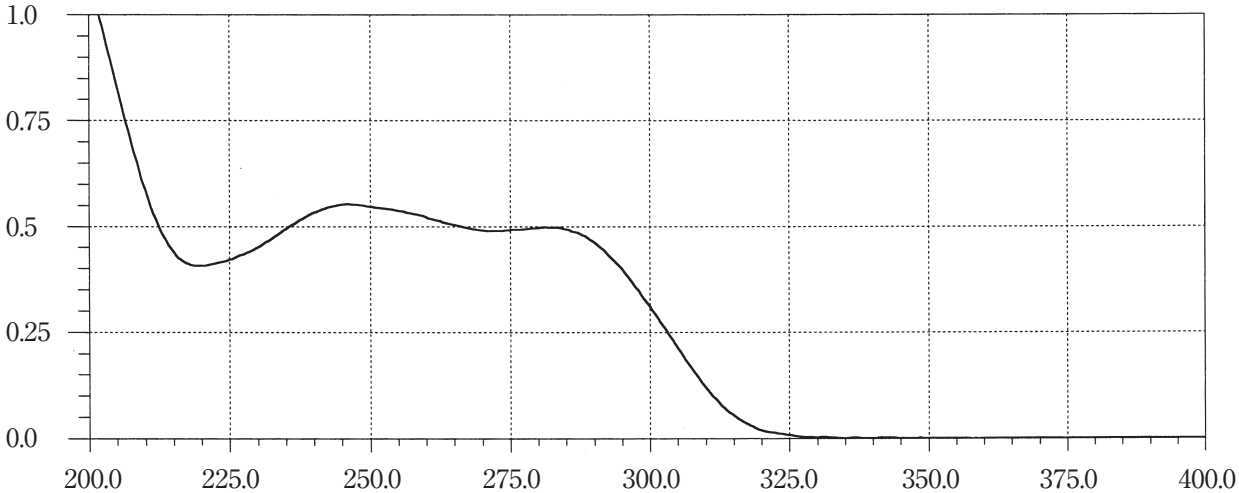
メタノール溶液（1→50000）

チペピジンヒベンズ酸塩



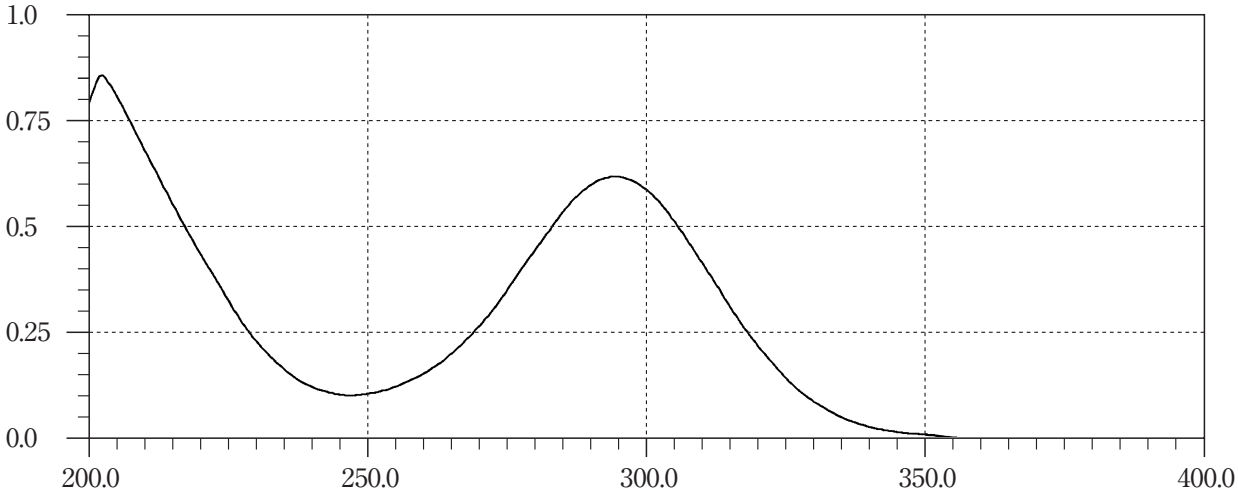
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

チメピジウム臭化物水和物



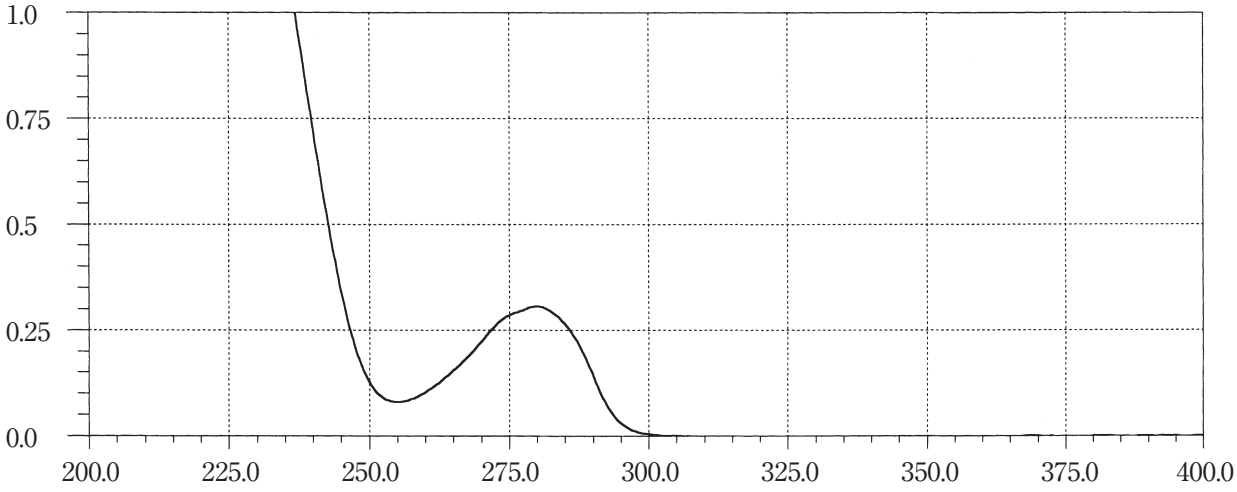
水溶液（1→50000）

チモロールマレイン酸塩



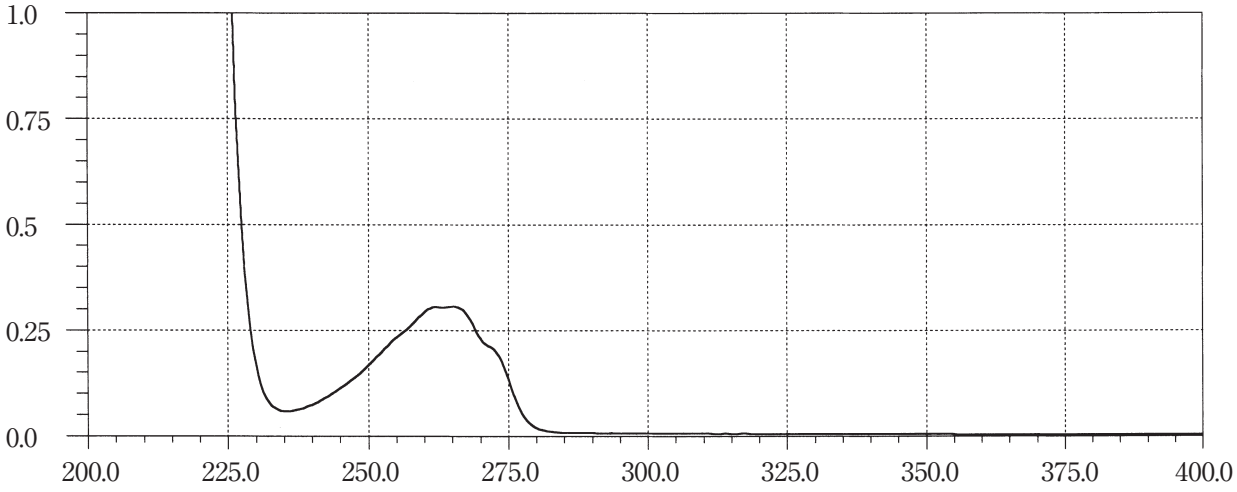
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物



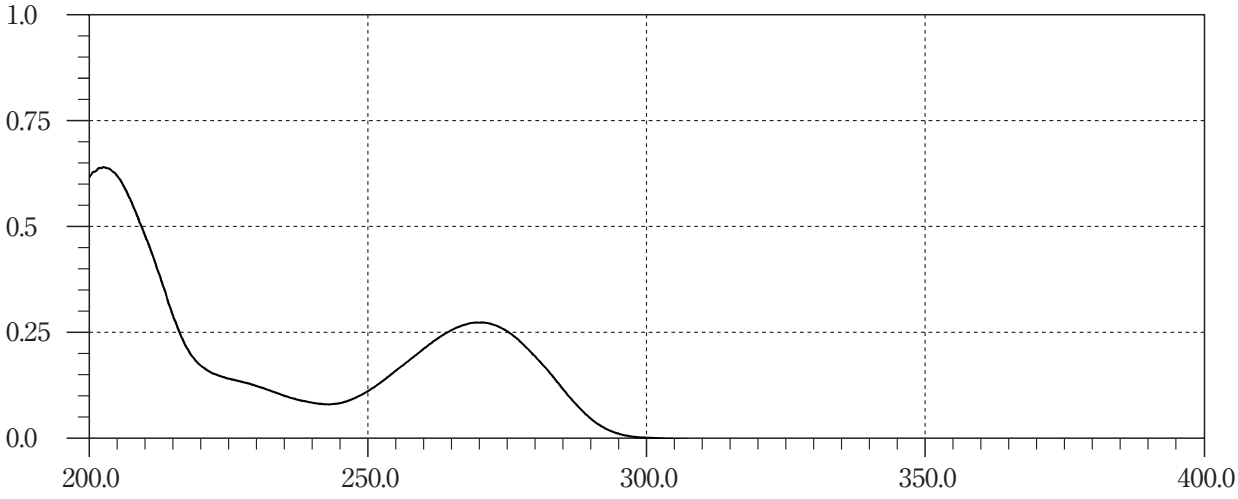
水溶液（3→100000）

ツロブテロール塩酸塩



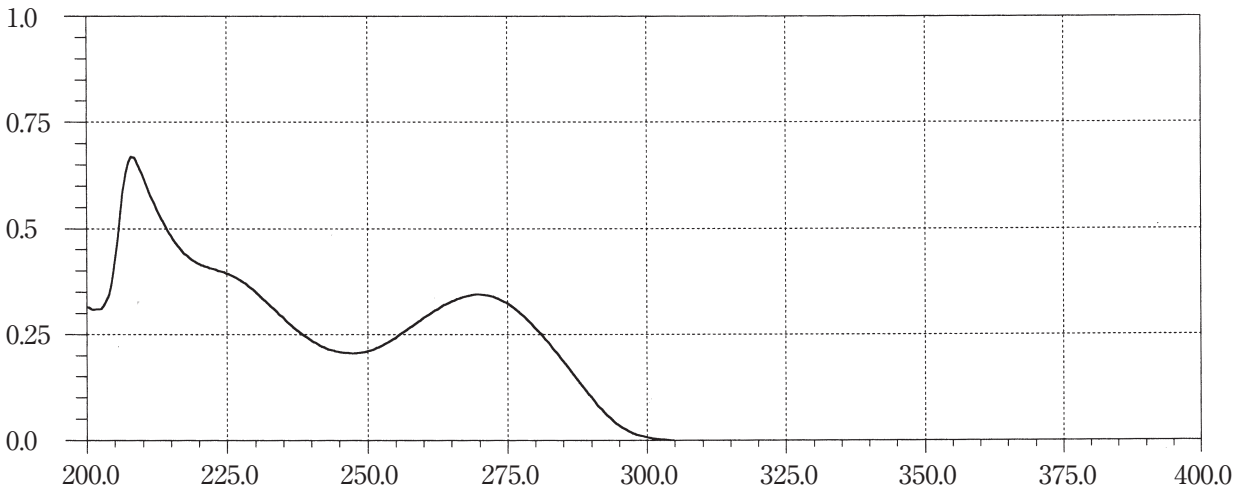
水溶液（1→2500）

テオフィリン



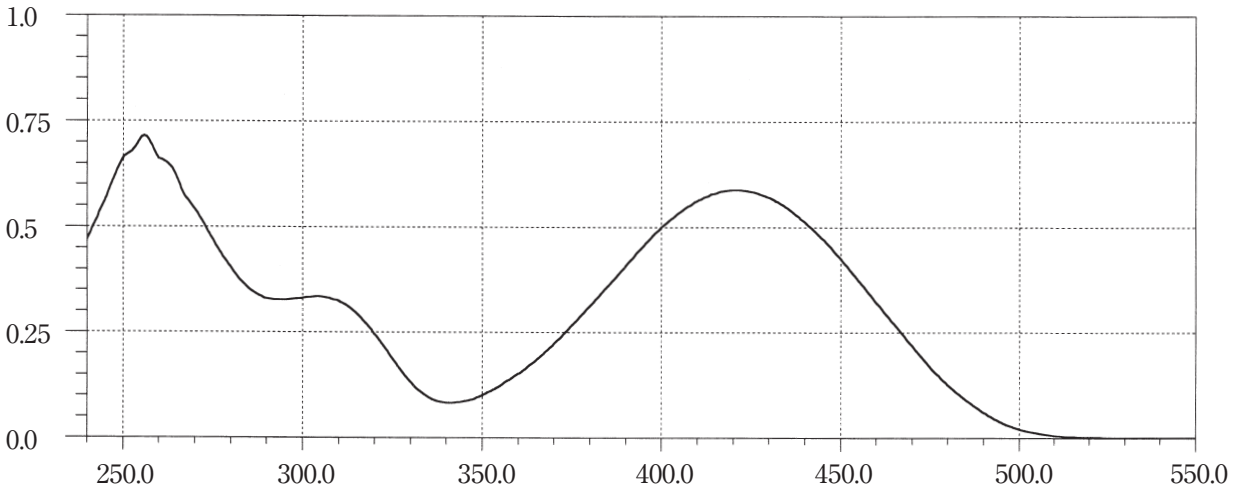
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→200000）

テガフール



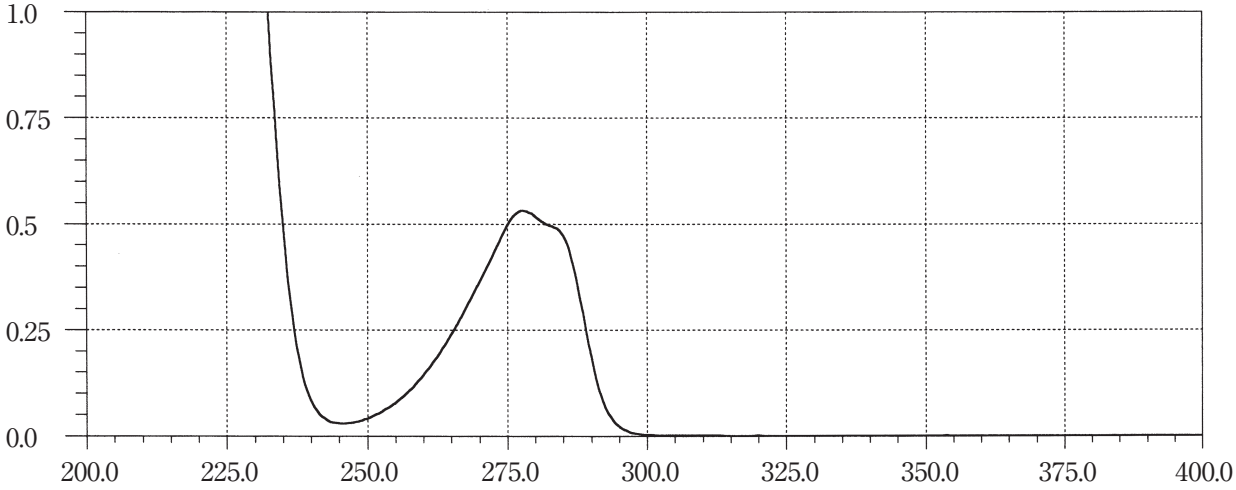
0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液（1→100000）

デキサメタゾン



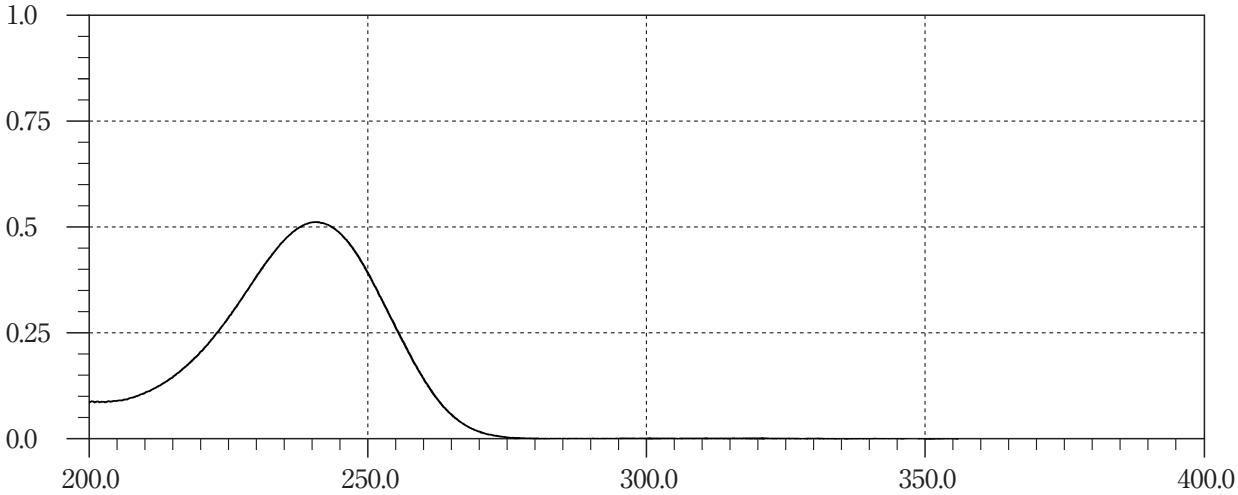
本品1mg＋エタノール（95）10mL，この液2mL＋塩酸フェニルヒドラジニウム試液10mLを振り混ぜ，60℃の水浴中で20分間加熱後放冷
対照：エタノール（95）2mLを用いて同様に操作して得た液

デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物



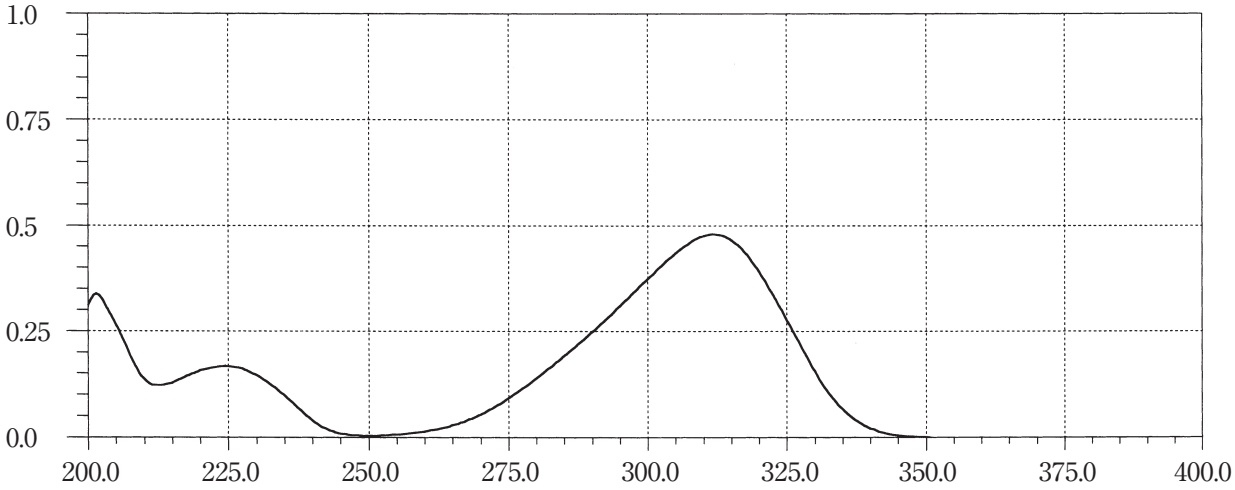
水溶液（1→10000）

テストステロンプロピオン酸エステル



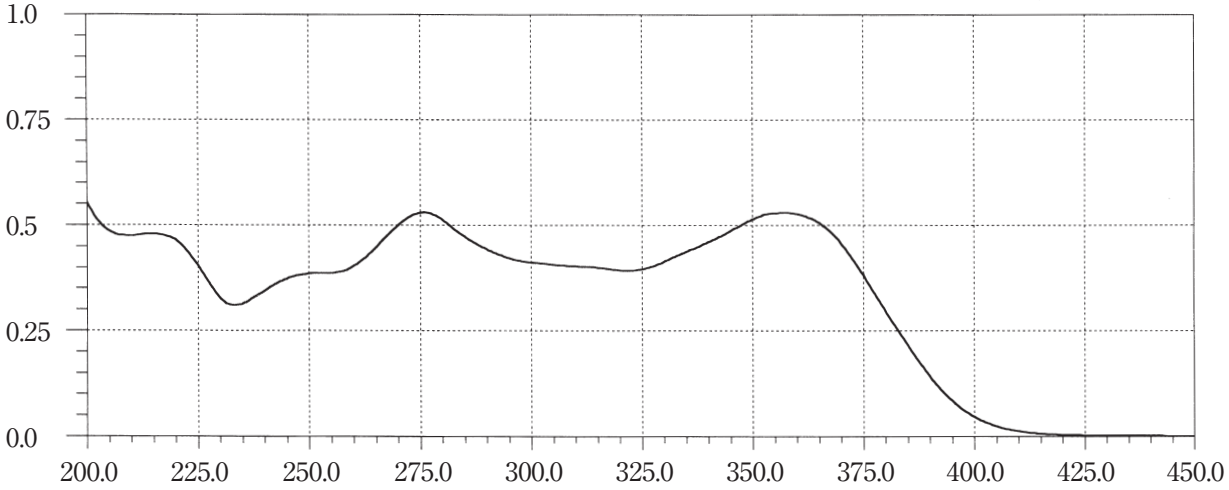
エタノール（95）溶液（1→100000）

テトラカイン塩酸塩



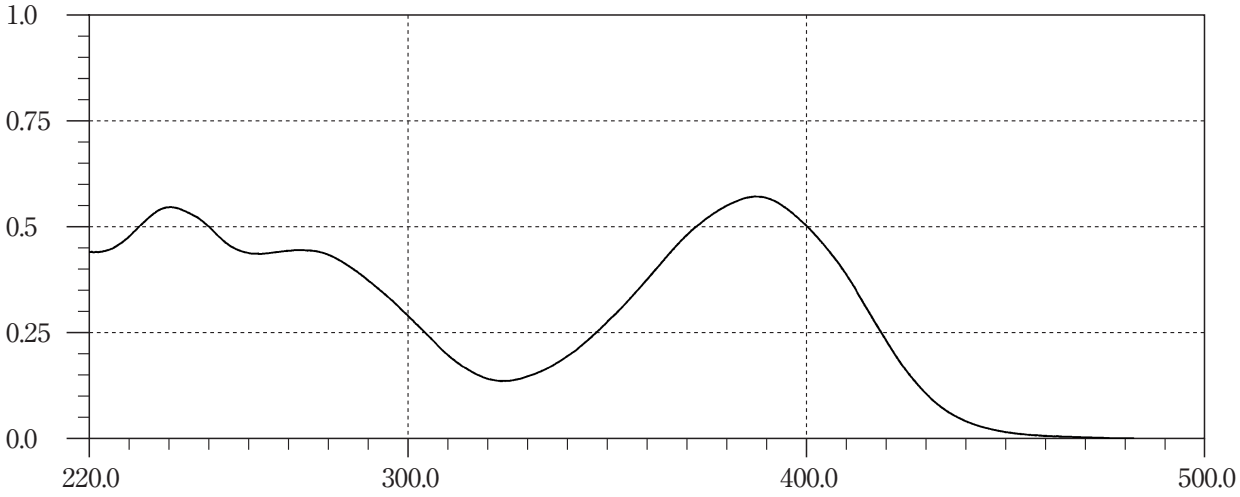
エタノール（99.5）溶液（1→200000）

テトラサイクリン塩酸塩



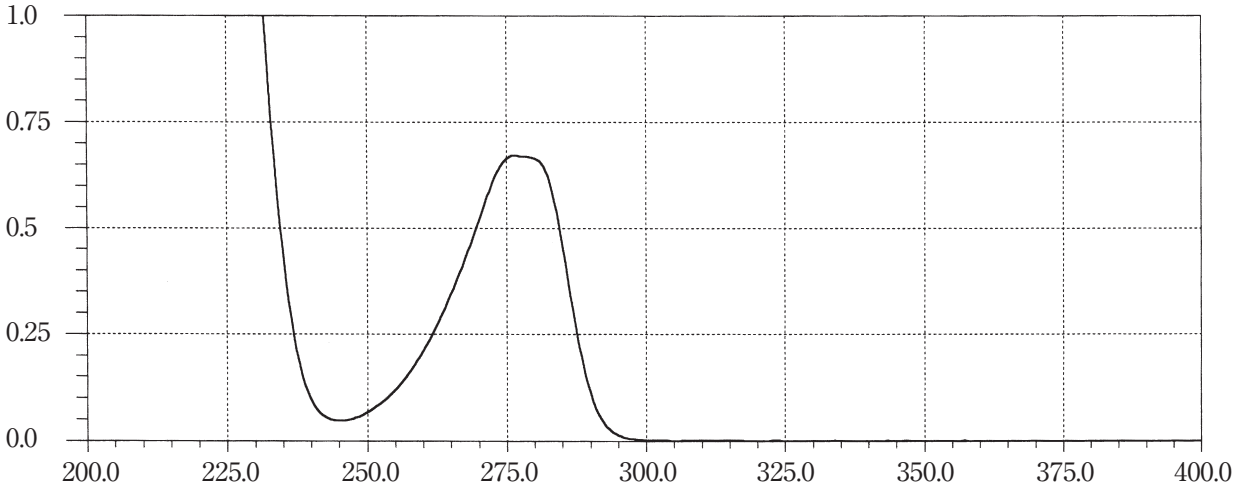
水溶液（1→62500）

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩



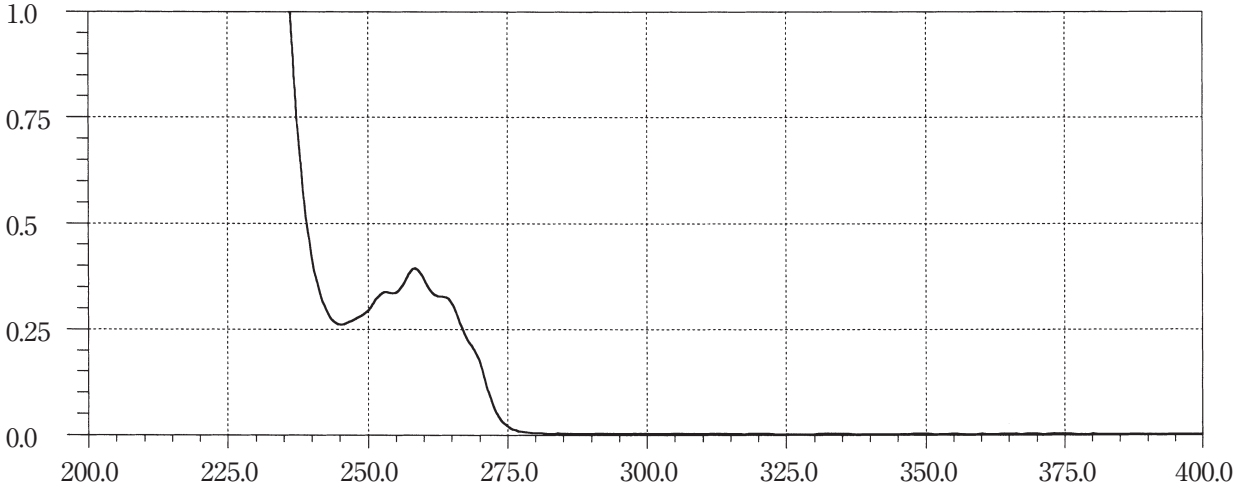
本品40mg＋水250mL，この液10mL＋水85mL＋水酸化ナトリウム溶液（1→5）5mL

テルブタリン硫酸塩



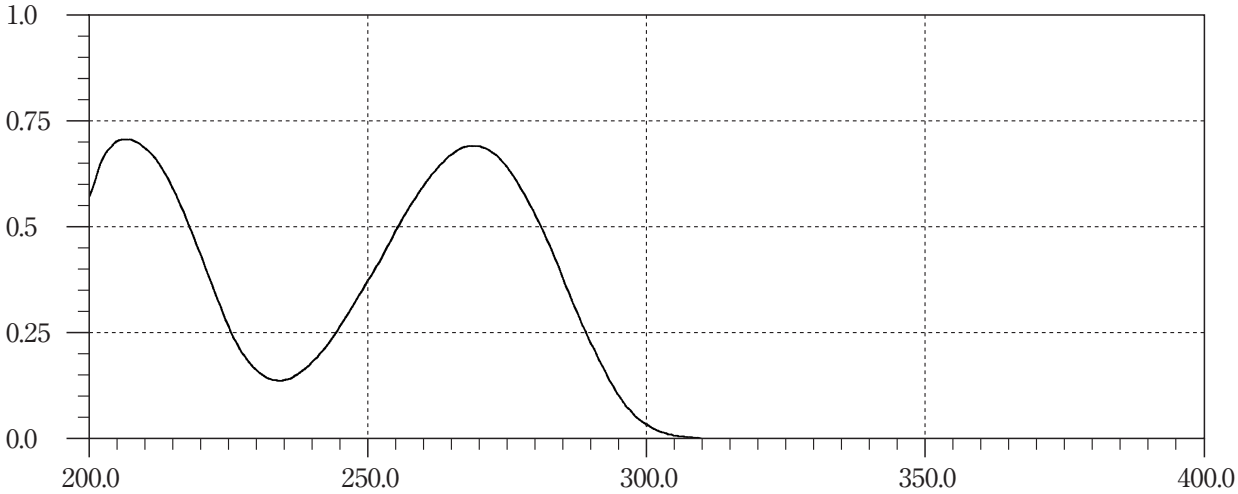
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

ドキサプラム塩酸塩水和物



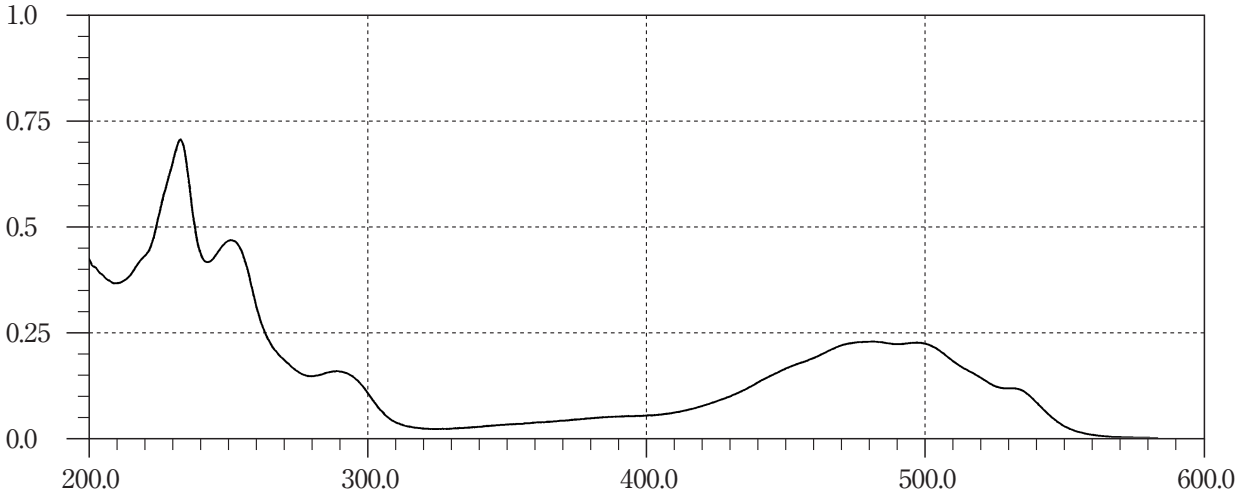
水溶液（1→2500）

ドキシフルリジン



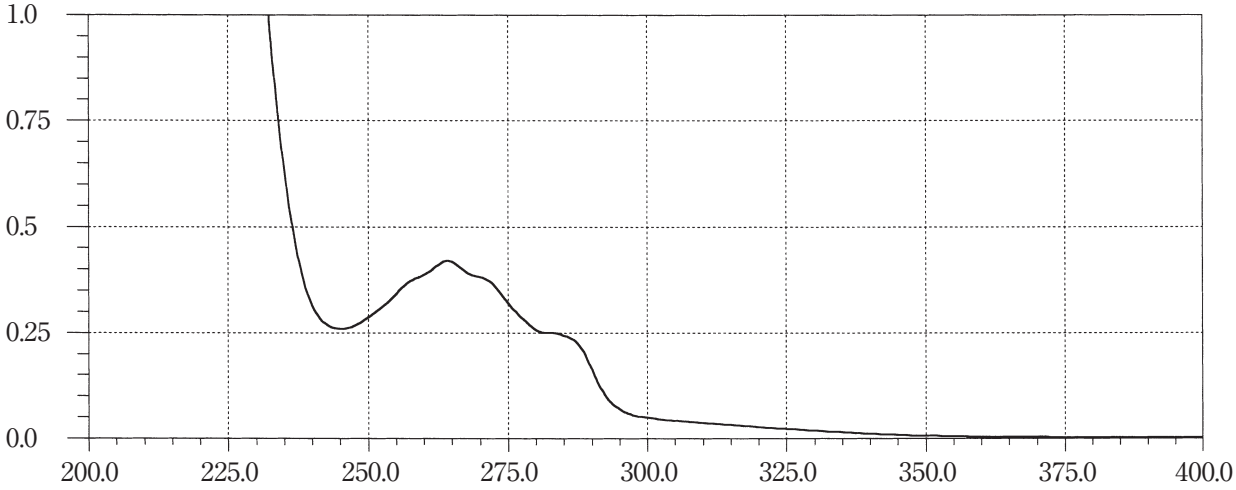
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

ドキソルビシン塩酸塩



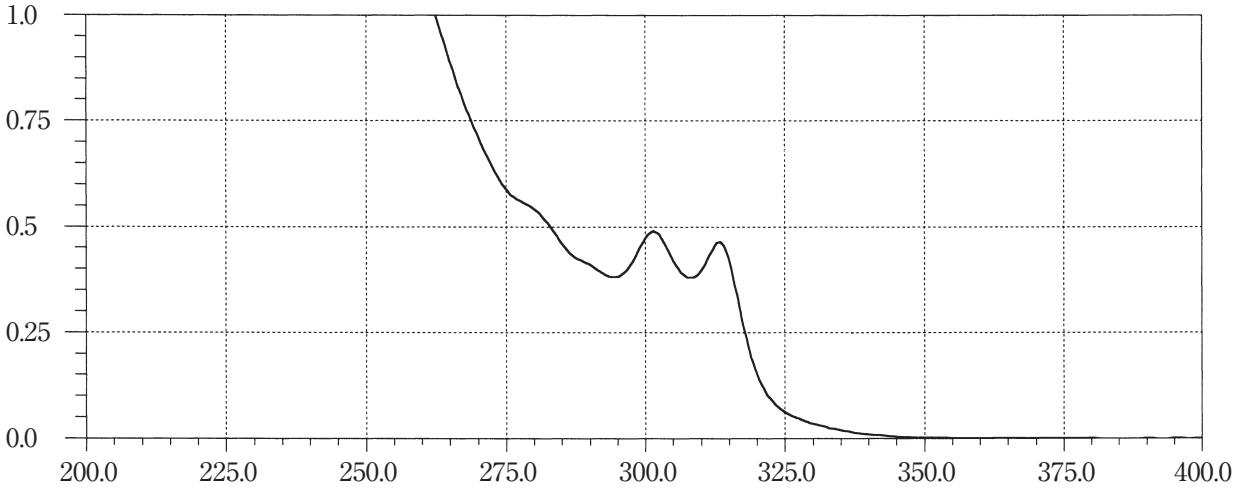
メタノール溶液（1→100000）

トコフェロールニコチン酸エステル



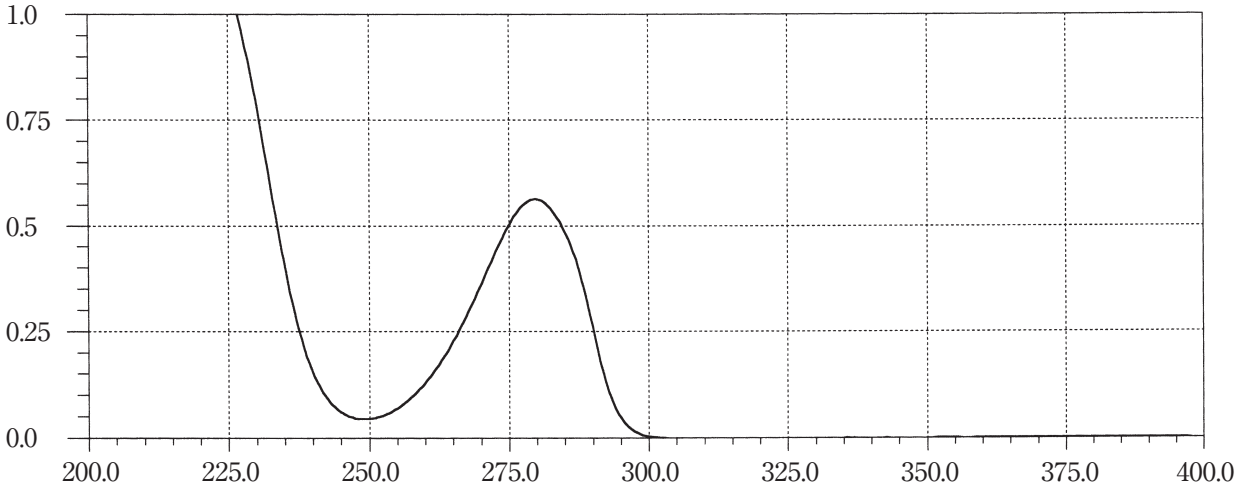
エタノール（99.5）溶液（1→20000）

トドララジン塩酸塩水和物



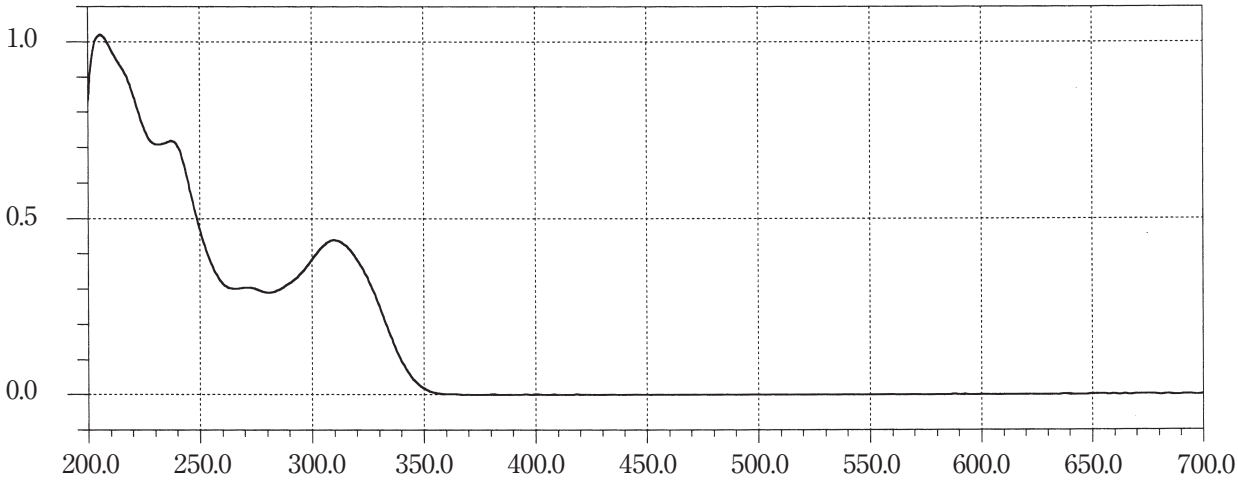
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

ドパミン塩酸塩



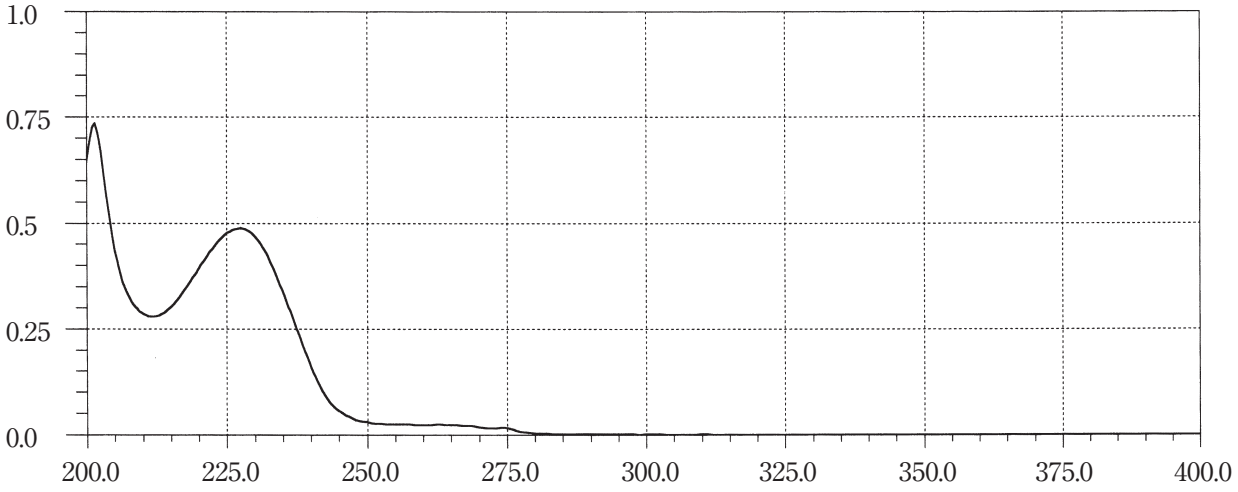
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→25000）

トフィソパム



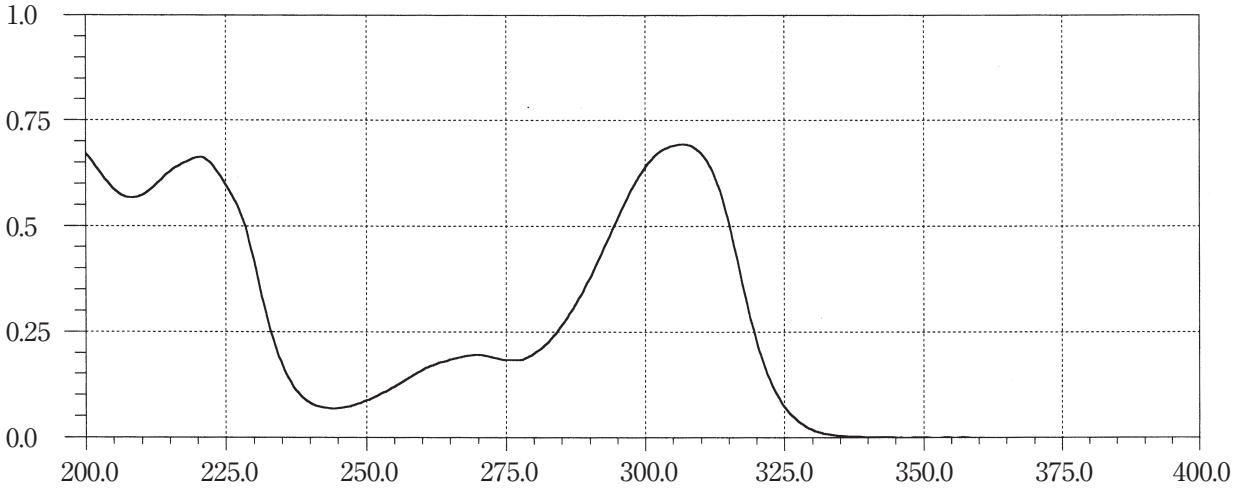
エタノール(95)溶液(1→100000)

トラザミド



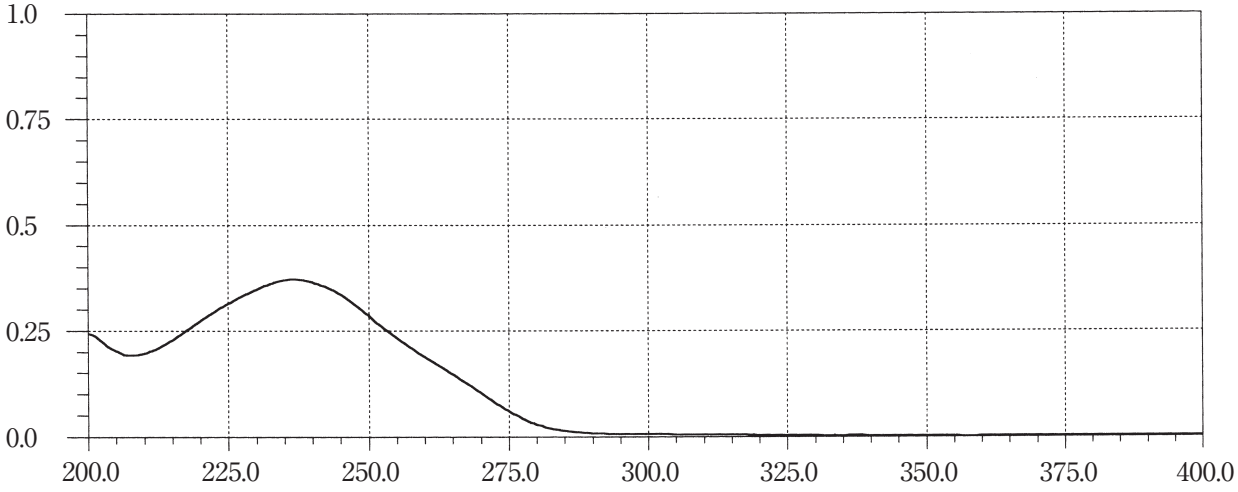
エタノール(95)溶液(1→100000)

トラピジル



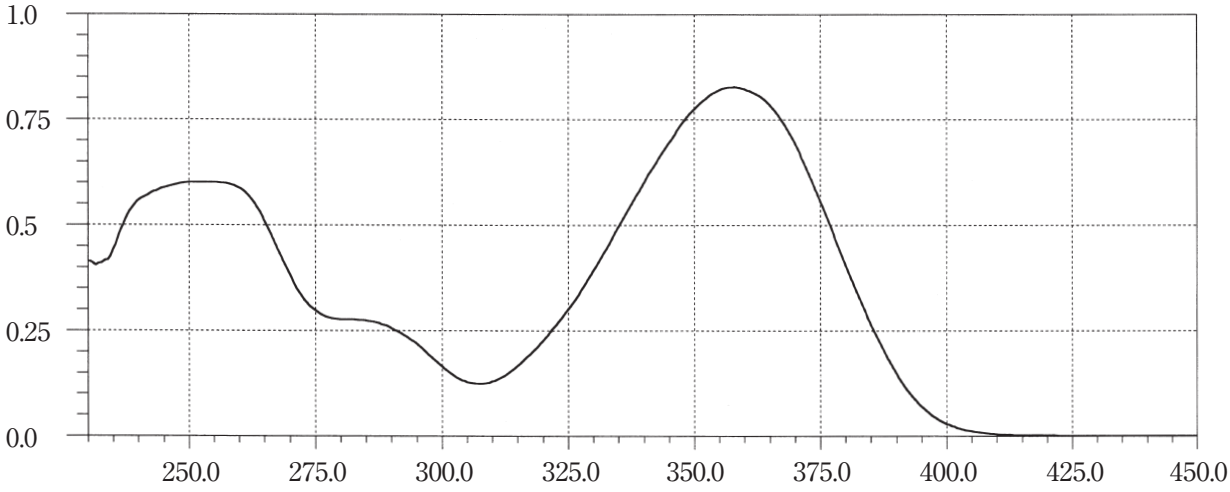
水溶液(1→125000)

トリアムシノロンアセトニド



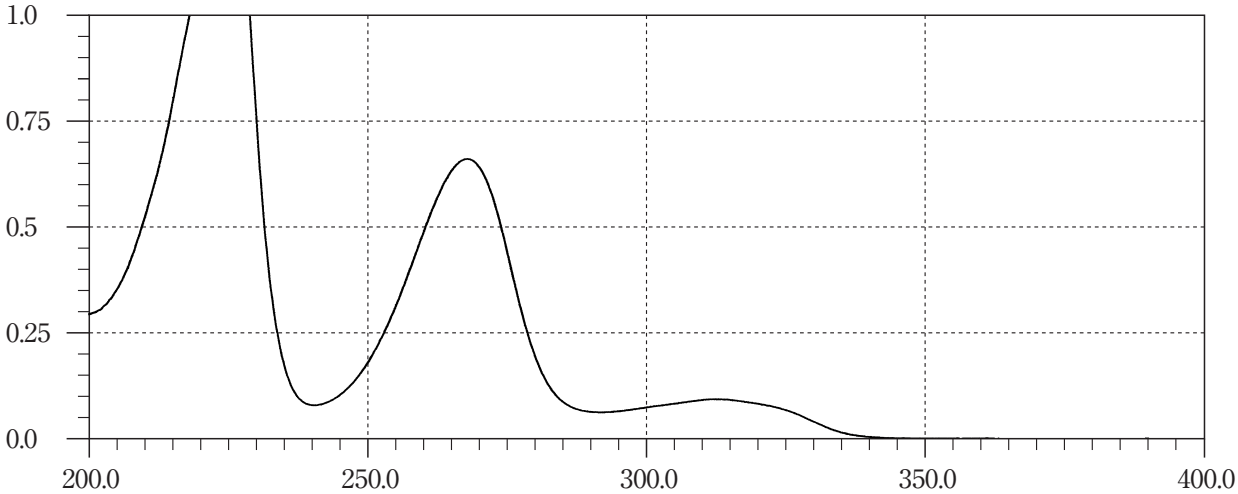
エタノール（95）溶液（1→100000）

トリアムテレン



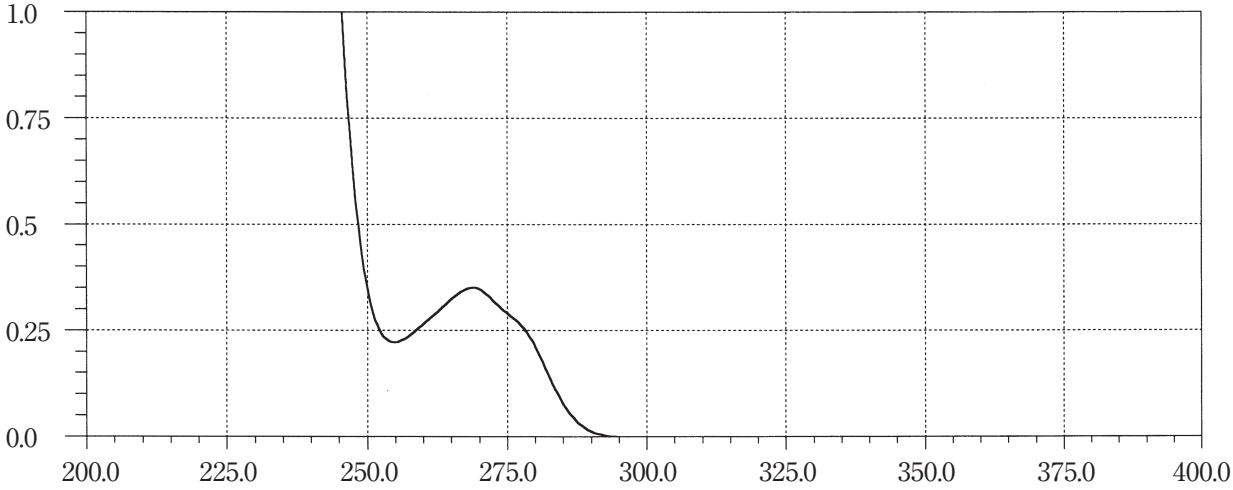
本品0.01g＋酢酸（100）100mL，この液10mLに水を加えて100mL

トリクロルメチアジド



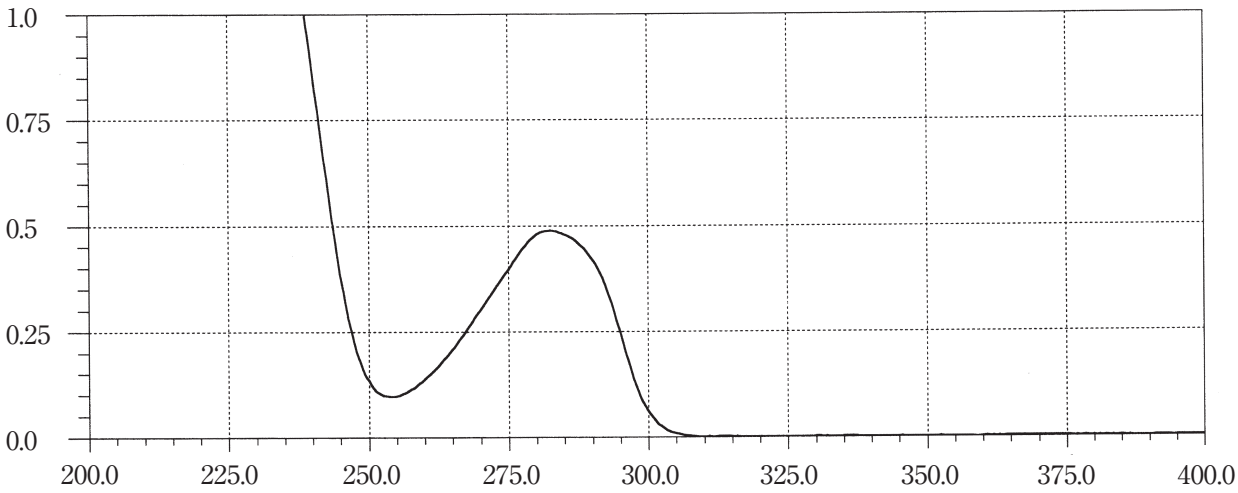
エタノール（95）溶液（3→250000）

トリメタジジン塩酸塩



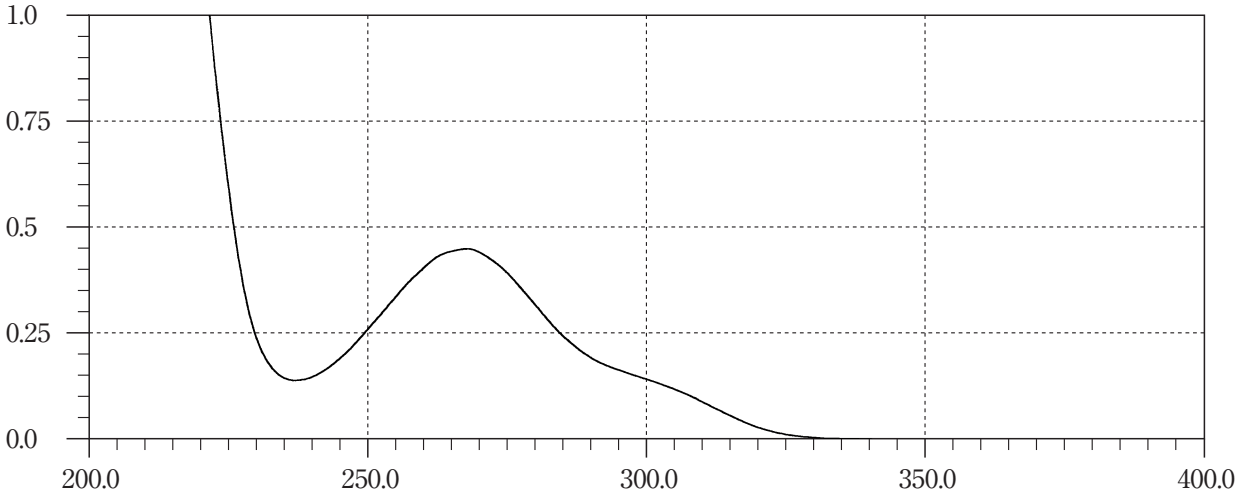
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→6250）

トリメトキノール塩酸塩水和物



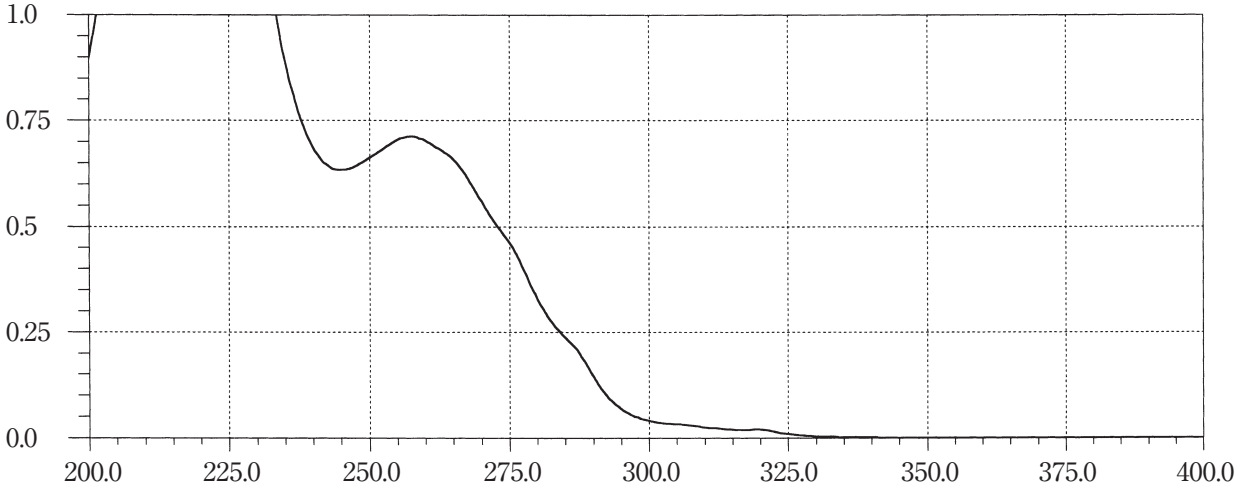
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→20000）

トリメブチンマレイン酸塩



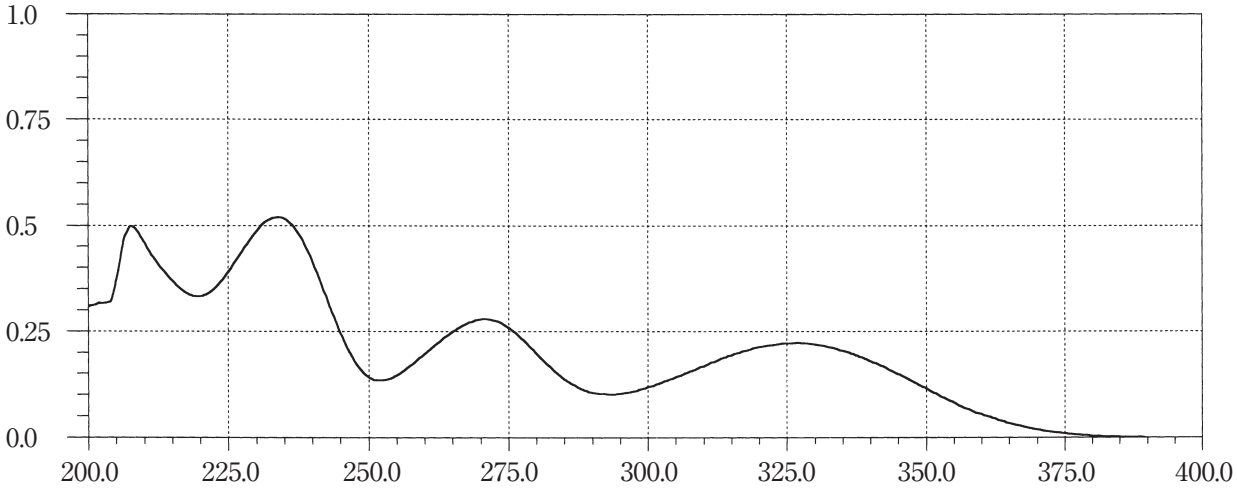
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

トルナフタート



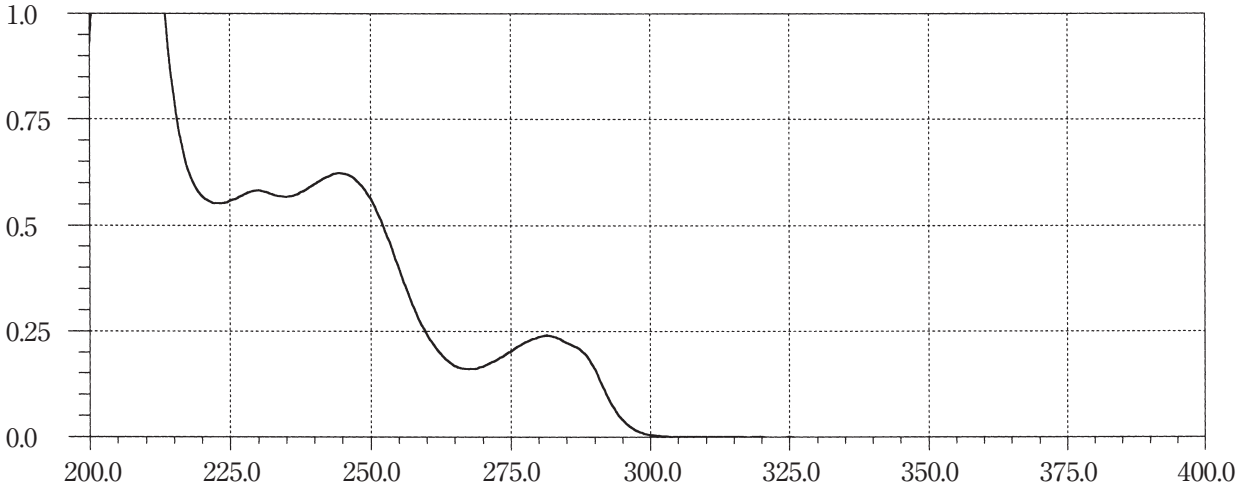
メタノール溶液（1→100000）

トレピブトン



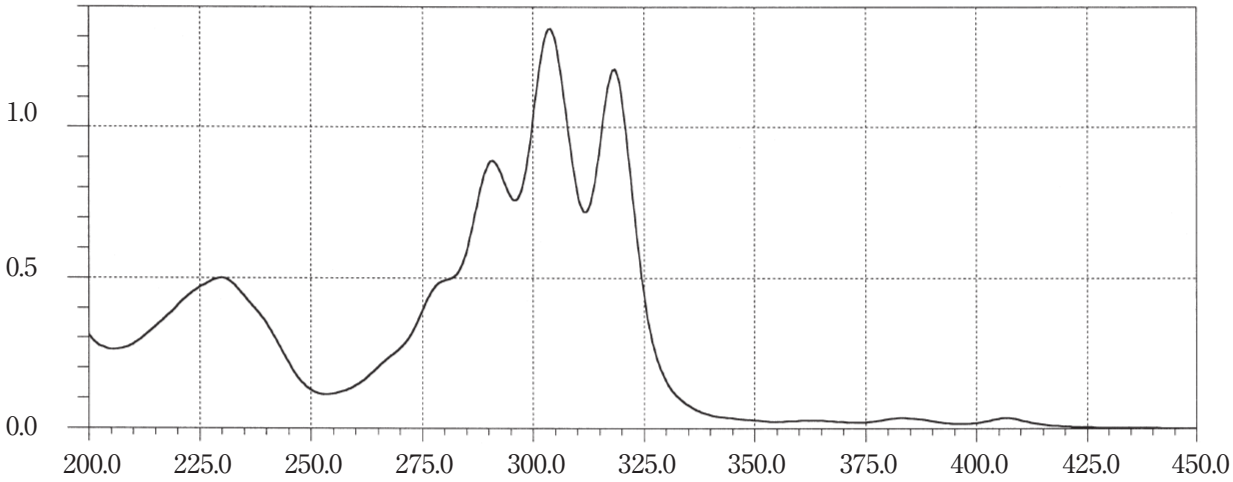
薄めた希水酸化ナトリウム試液（1→10）溶液（1→100000）

ドロペリドール



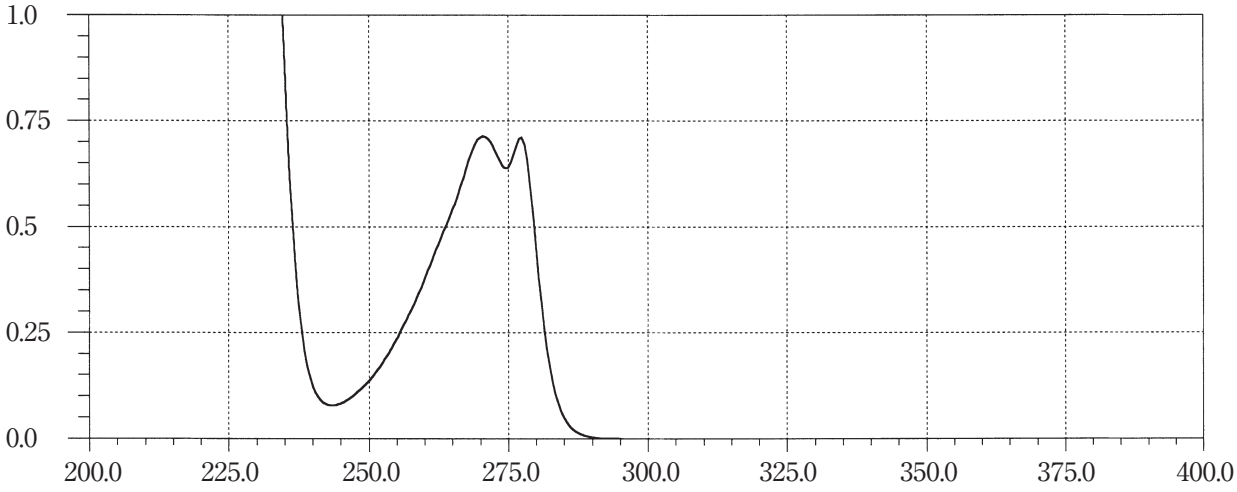
本品0.03g+ 0.1mol/L塩酸試液10mL＋エタノール（95）を加えて100mL（褐色のメスフラスコ）
この液5mL+ 0.1mol/L塩酸試液10mL＋エタノール（95）を加えて100mL（褐色のメスフラスコ）

ナイスタチン



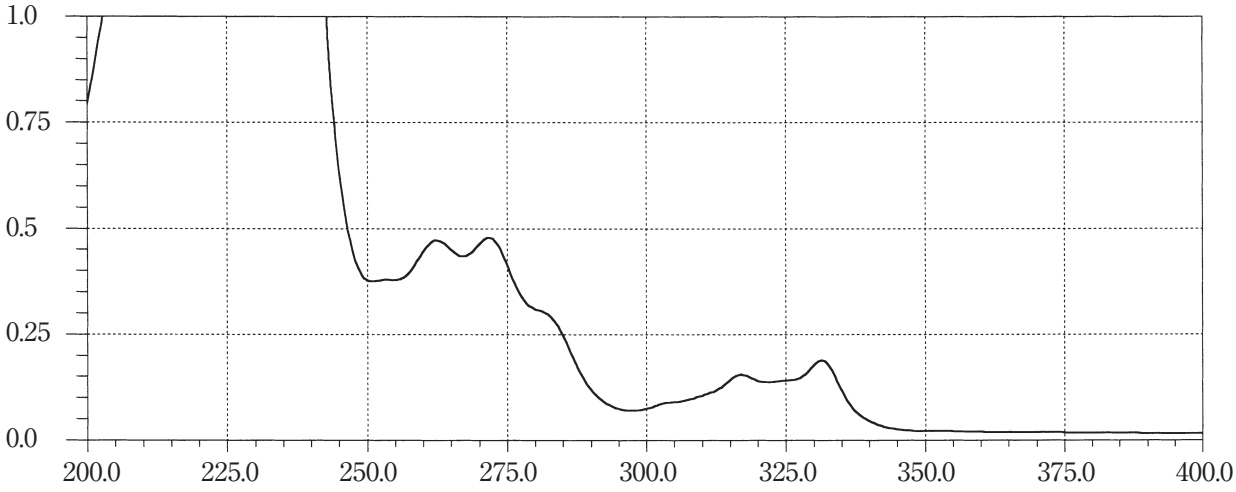
本品10mg＋薄めたメタノール(4→5)/水酸化ナトリウム試液混液(200：1)50.25mLを加え，50℃以下で加温して溶かし，更に薄めたメタノール(4→5)を加えて500mL

ナドロール



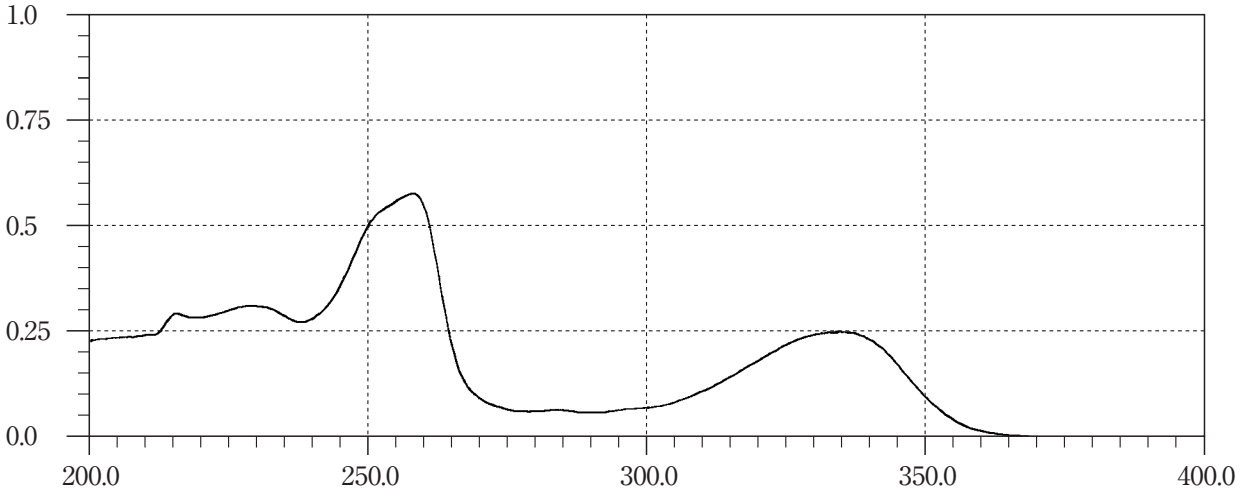
メタノール溶液(1→5000)

ナプロキセン



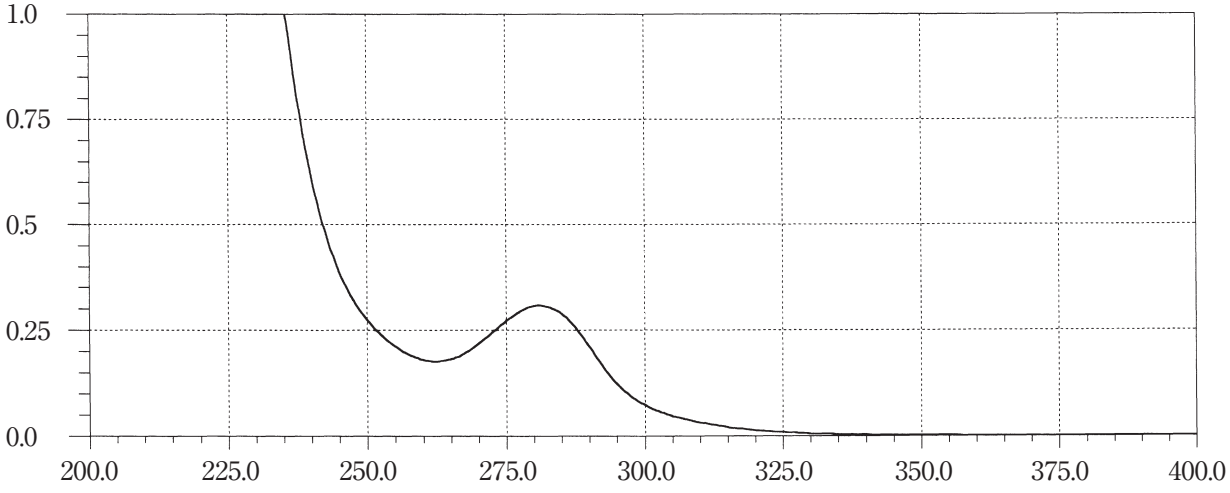
エタノール(99.5)溶液(1→50000)

ナリジクス酸



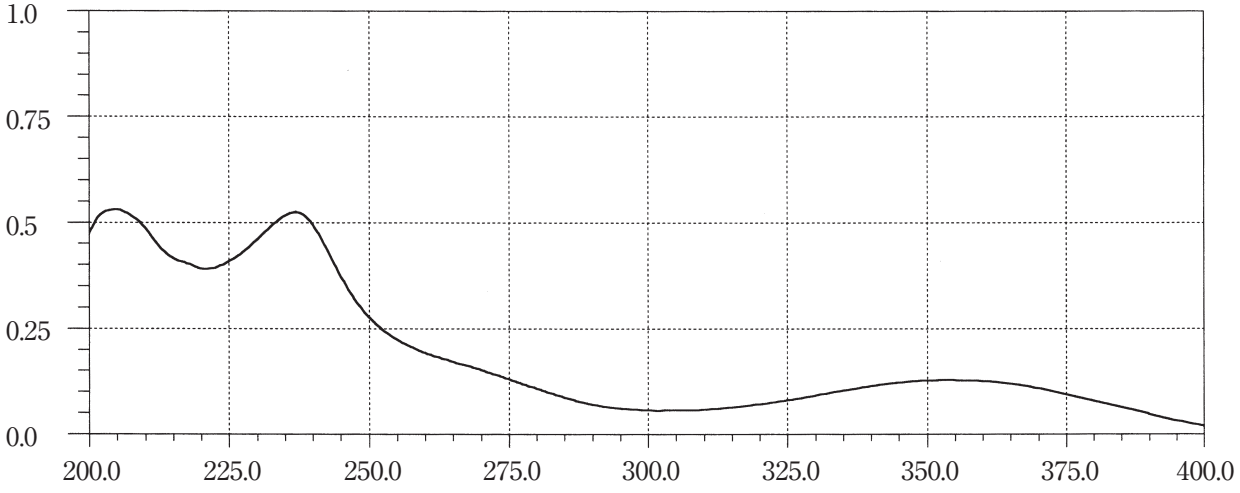
0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液（1→200000）

ナロキソン塩酸塩



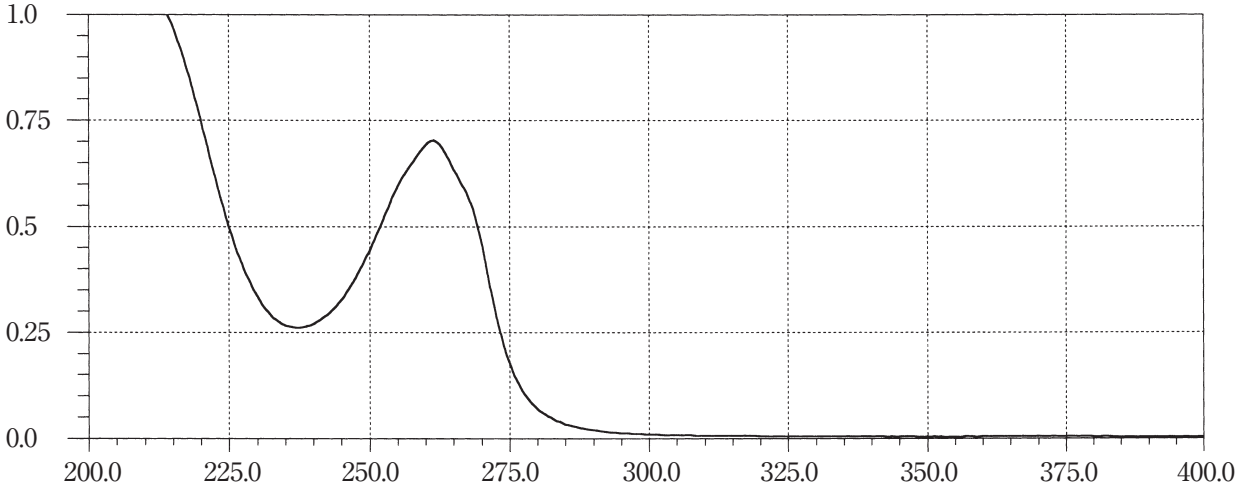
水溶液（1→10000）

ニカルジピン塩酸塩



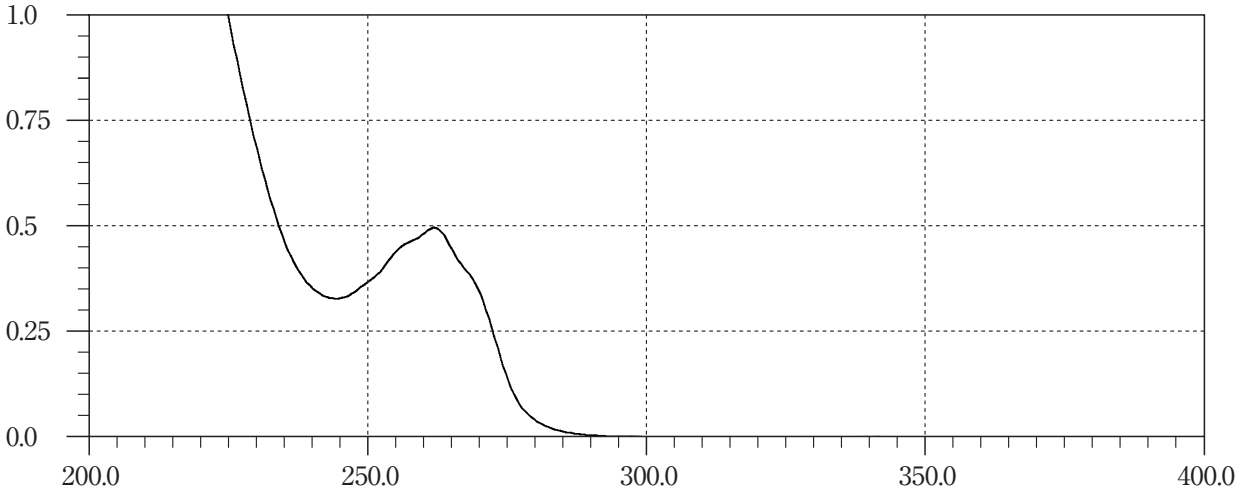
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

ニコチン酸



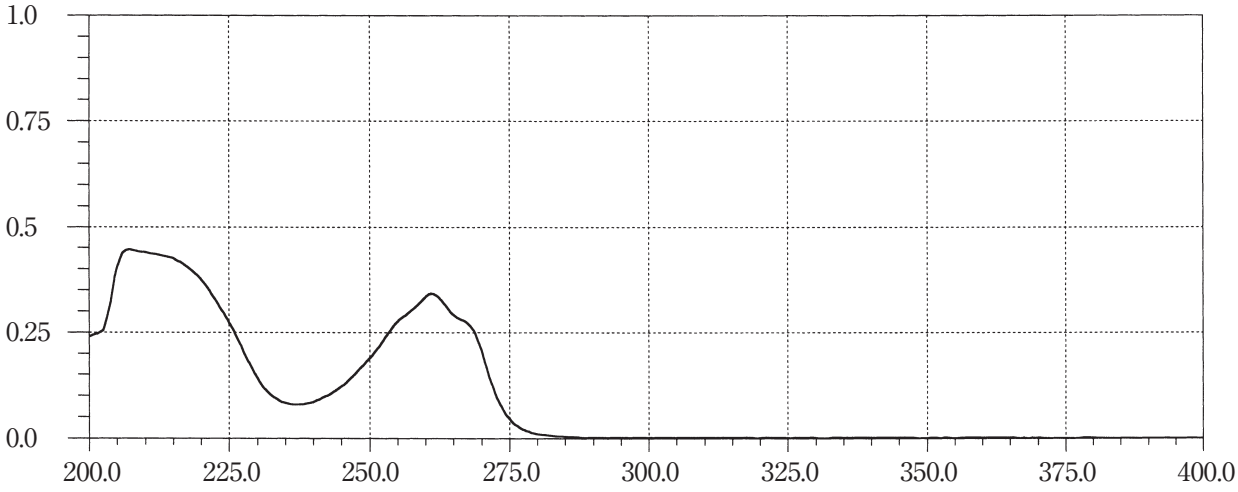
水溶液（1→50000）

ニコチン酸アミド



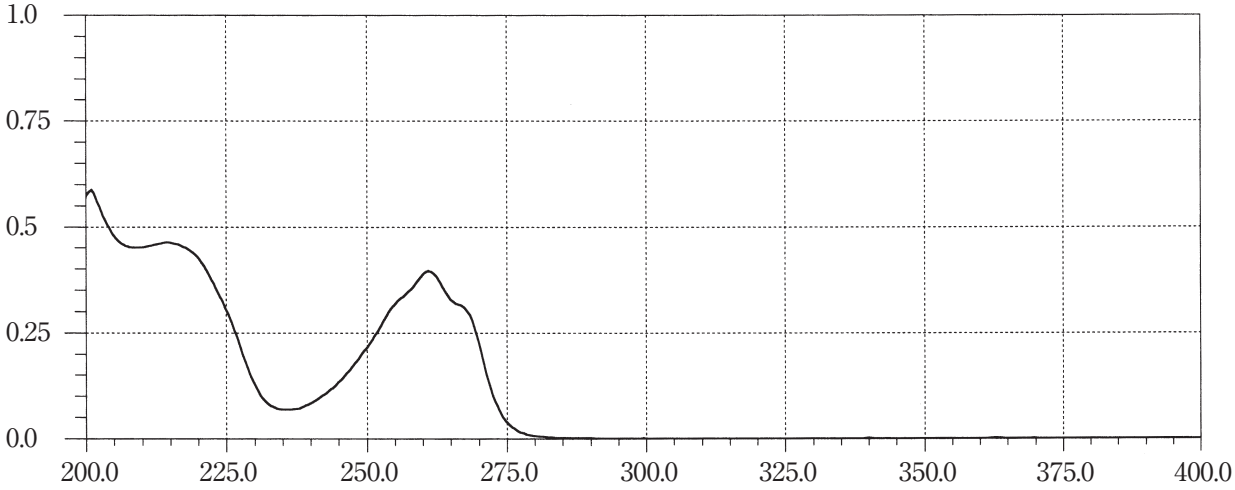
水溶液（1→50000）

ニコモール



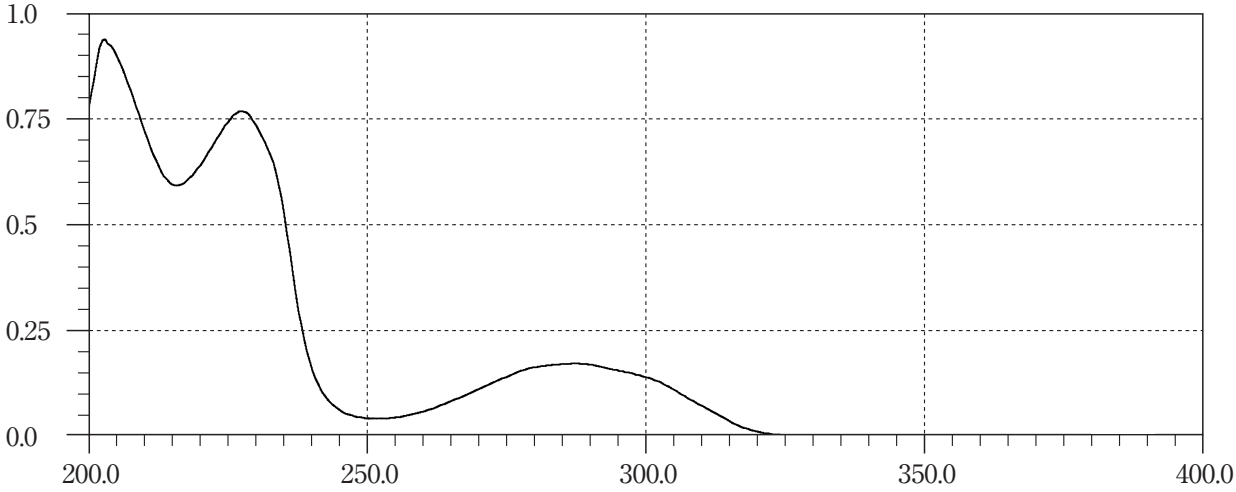
1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

ニセリトロール



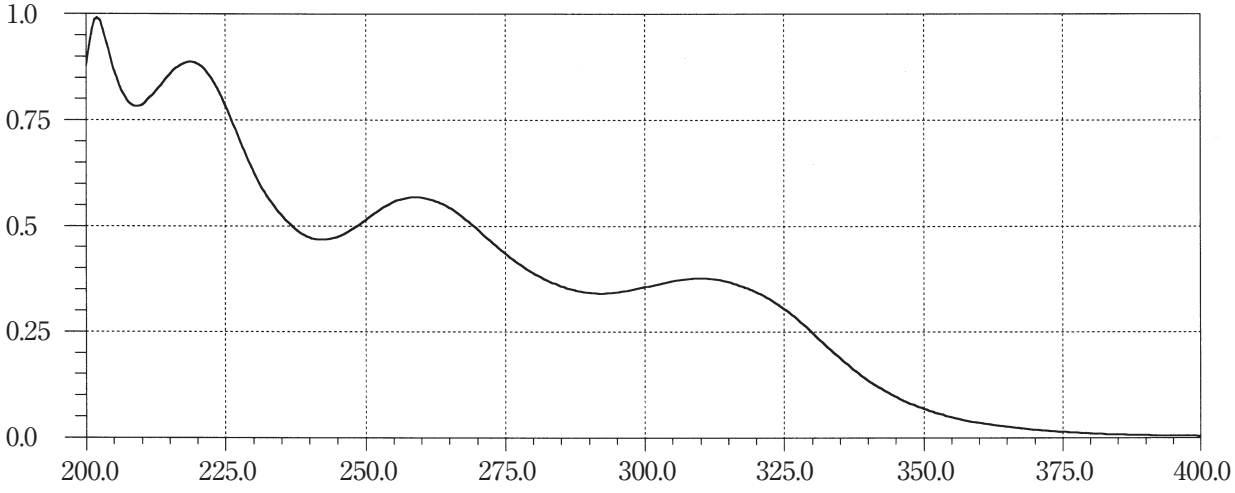
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

ニセルゴリン



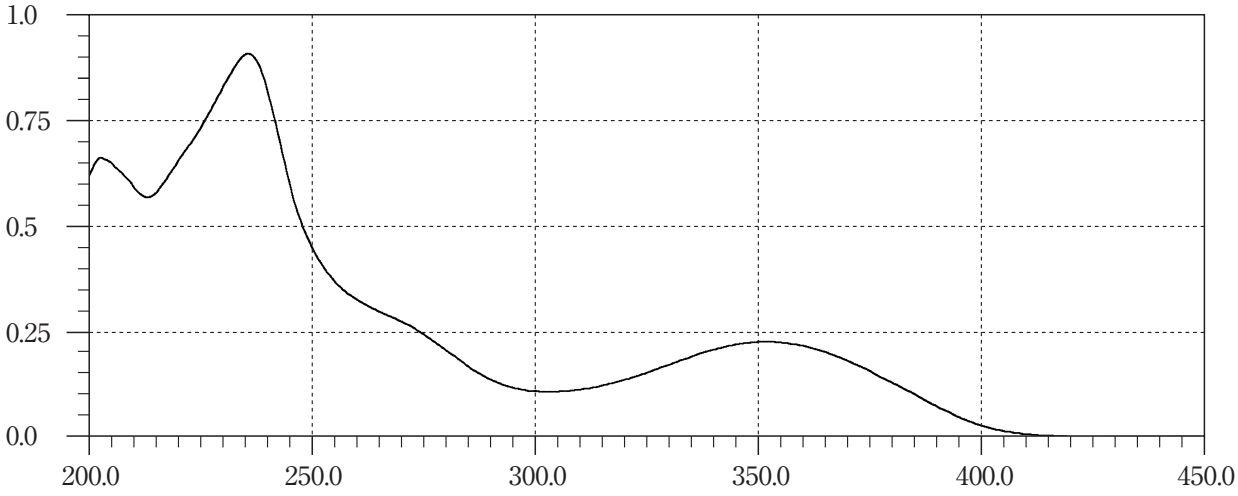
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

ニトラゼパム



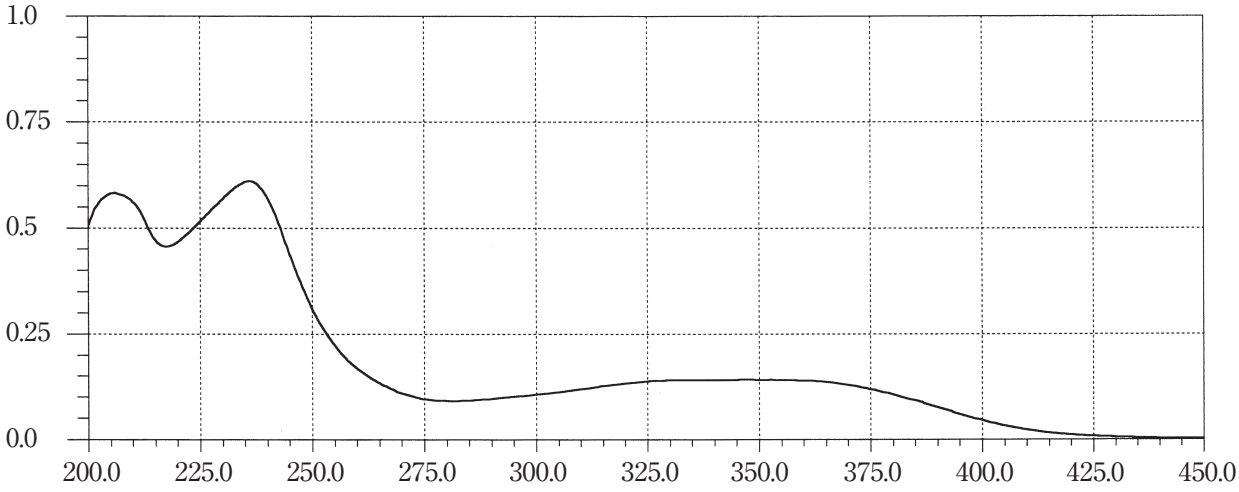
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

ニトレンジピン



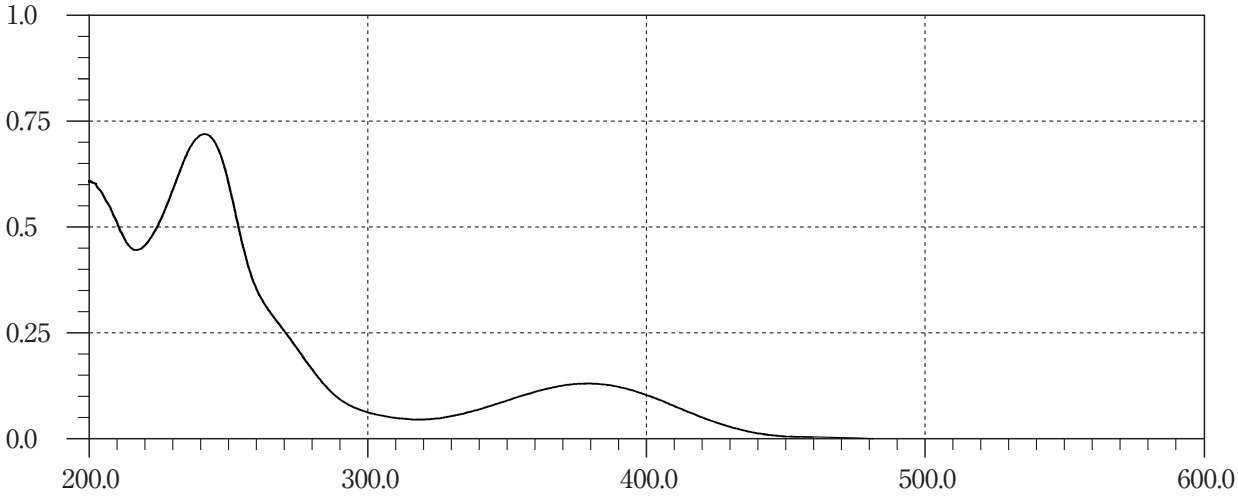
メタノール溶液（1→80000）

ニフェジピン



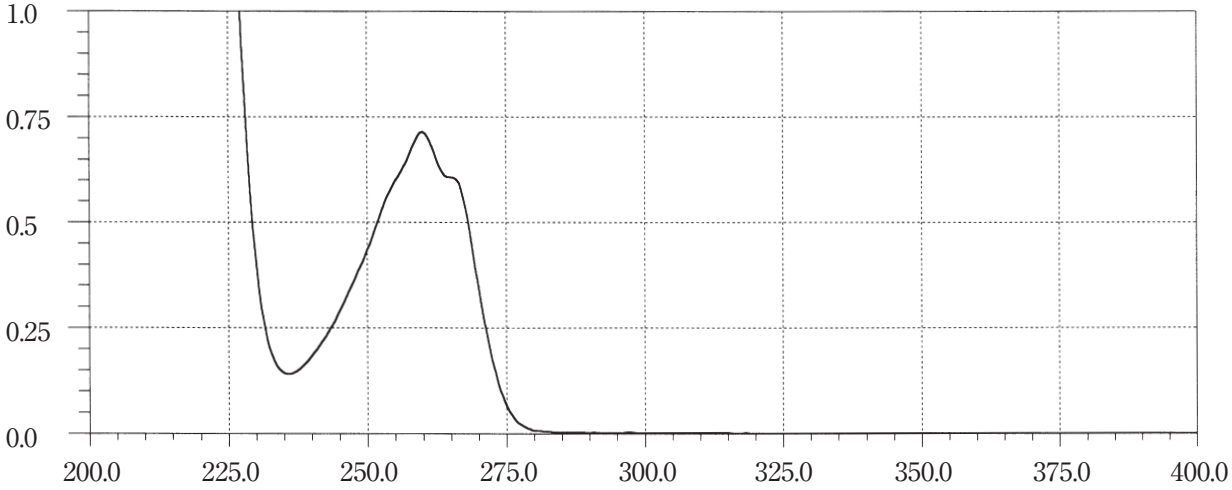
メタノール溶液（1→100000）

ニルバジピン



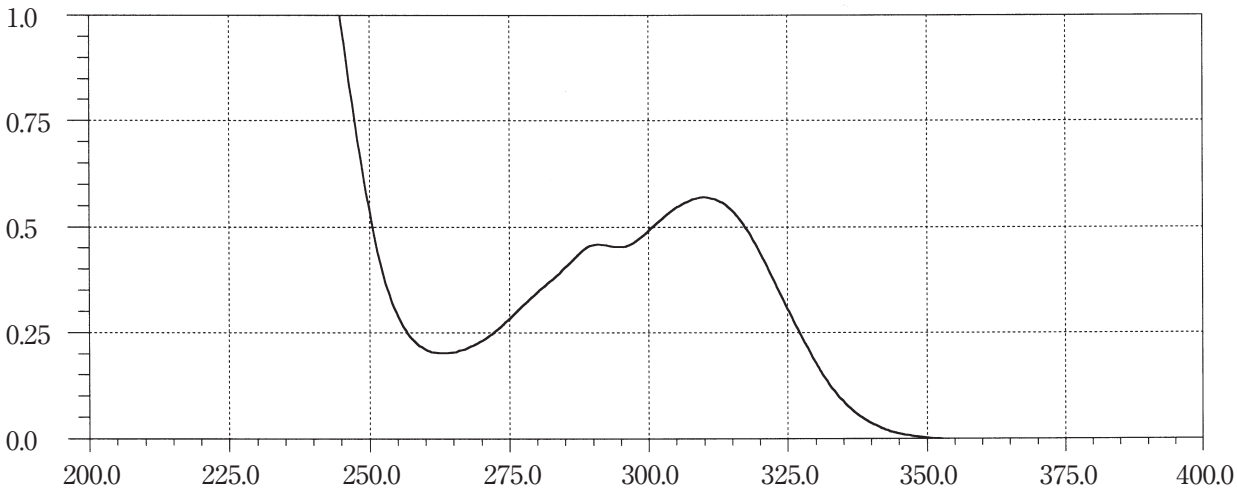
エタノール（99.5）溶液（1→100000）

ネオスチグミンメチル硫酸塩



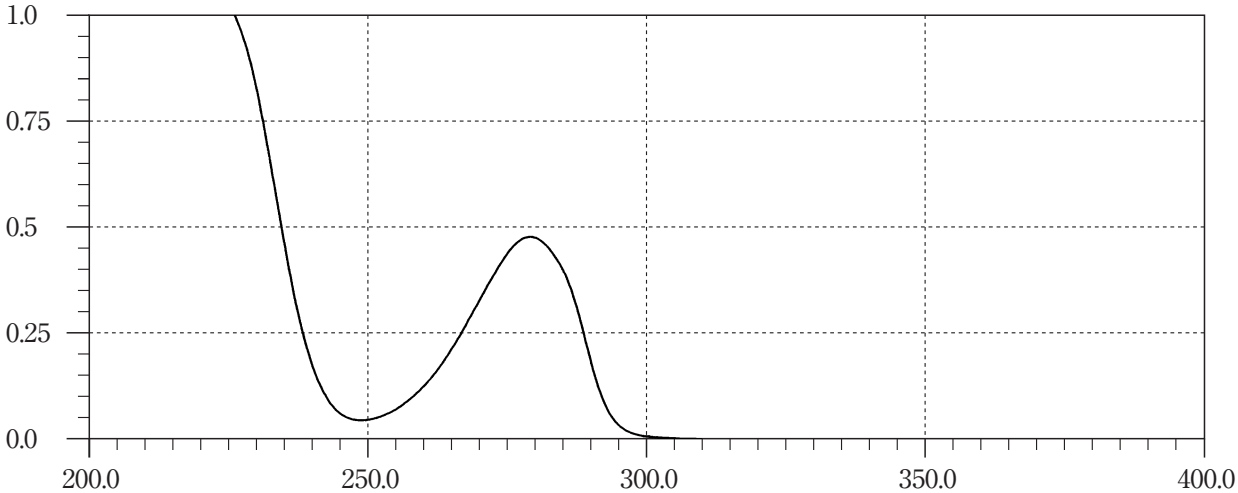
水溶液（1→2000）

ノスカピン



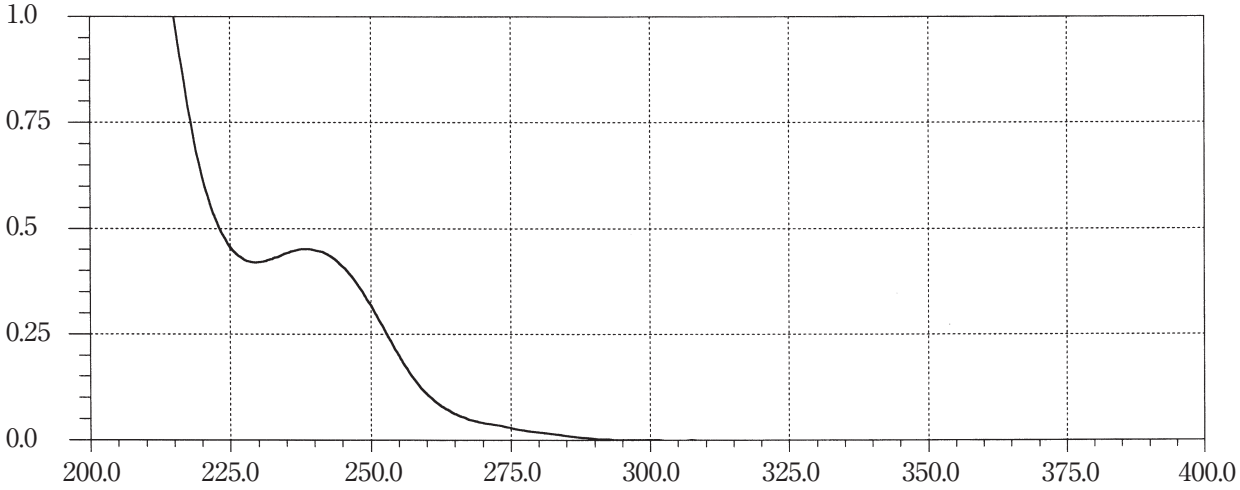
メタノール溶液（1→20000）

ノルアドレナリン



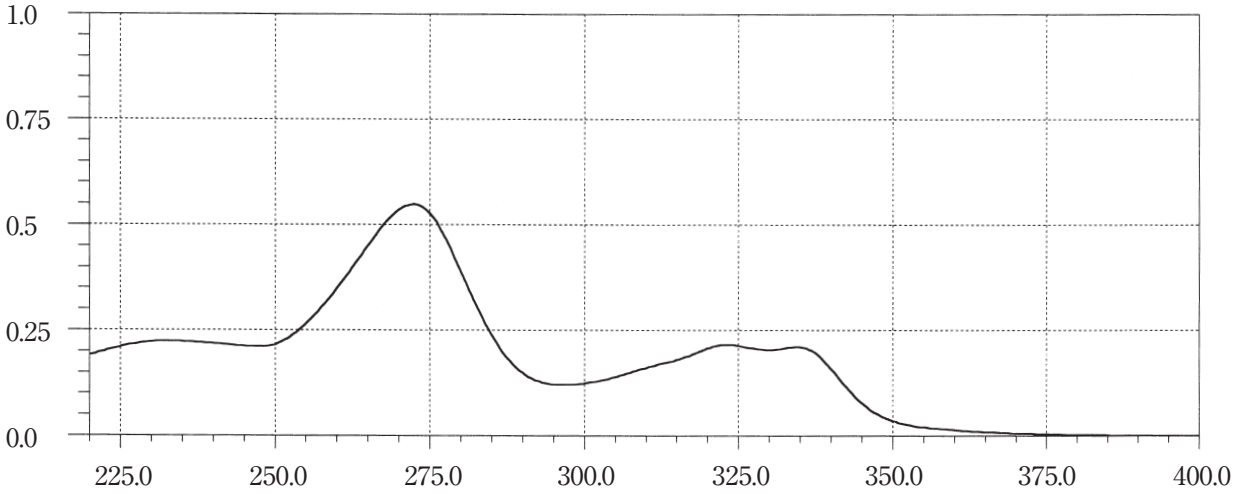
0.1mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

ノルトリプチリン塩酸塩



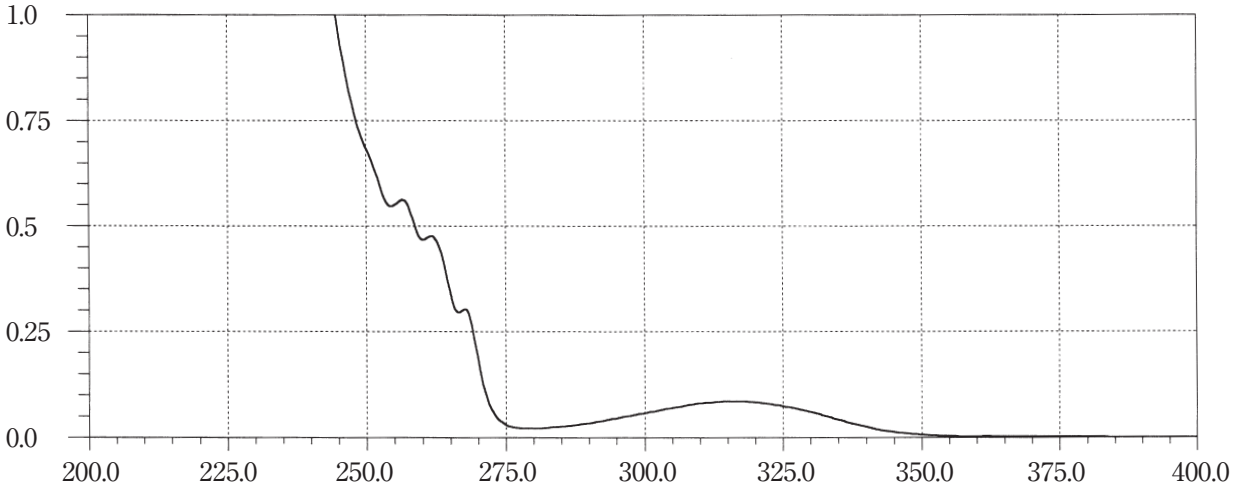
水溶液（1→100000）

ノルフロキサシン



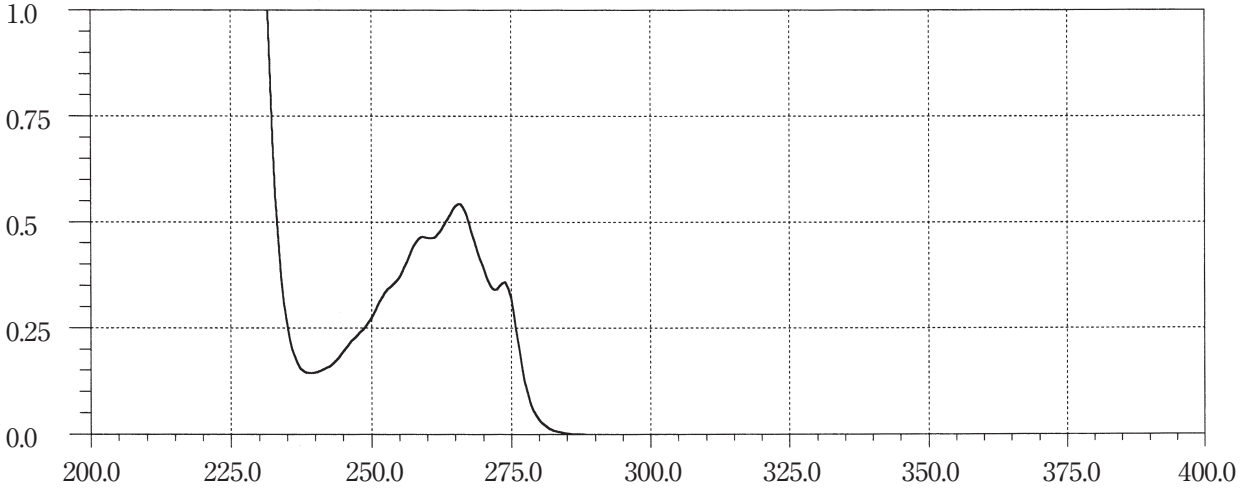
水酸化ナトリウム溶液（1→250）溶液（1→200000）

バカンピシリン塩酸塩



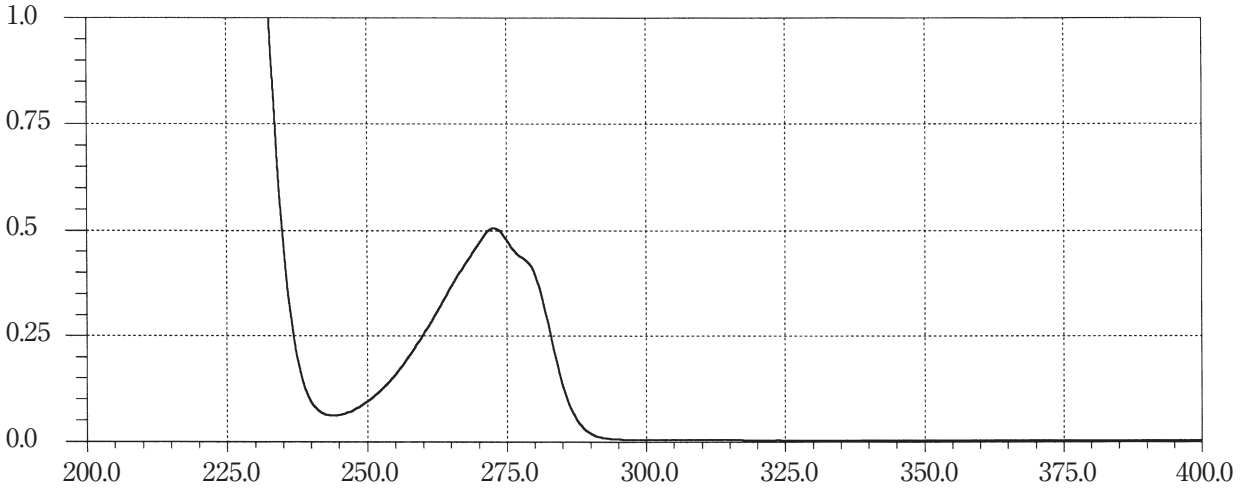
メタノール溶液（1→1000）

バクロフェン



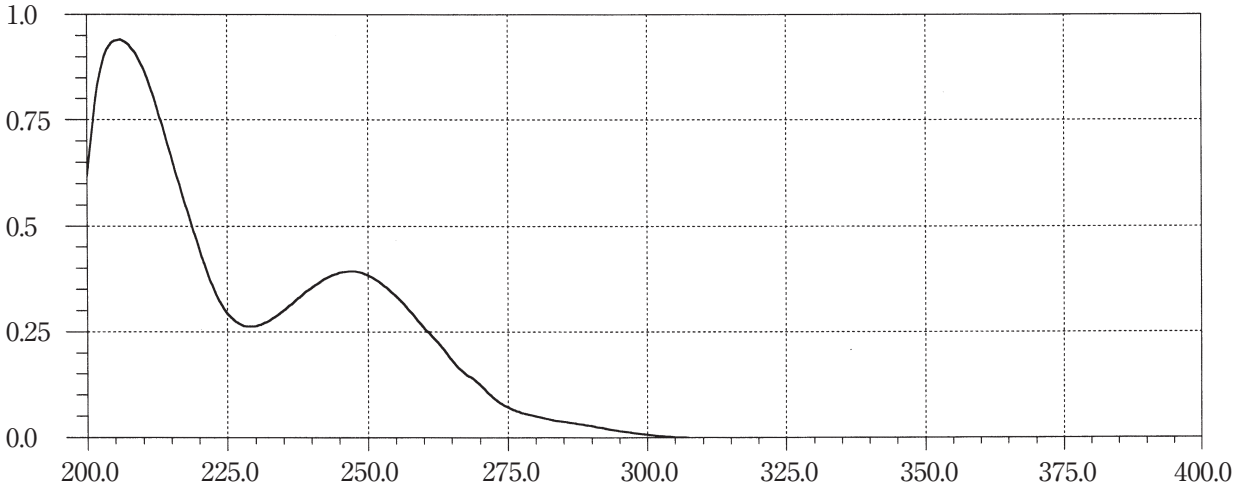
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→2000）

バメタン硫酸塩



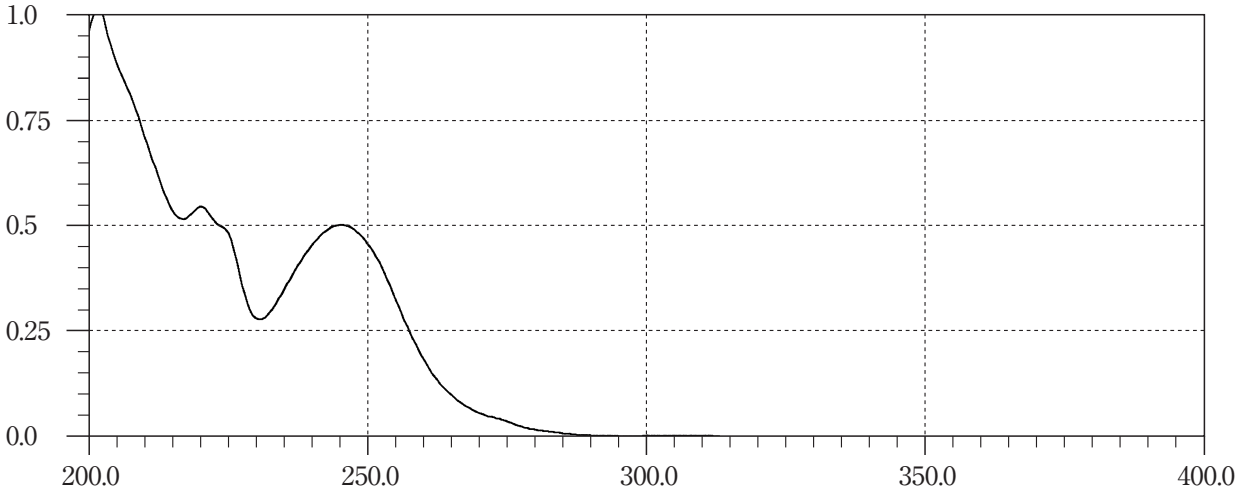
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

ハロキサゾラム



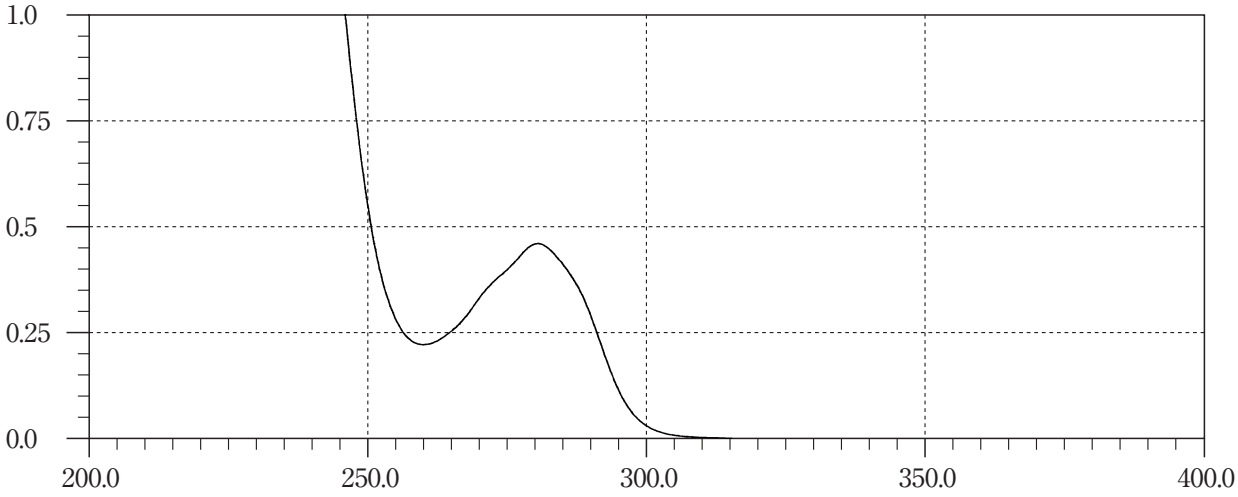
メタノール溶液（1→100000）

ハロペリドール



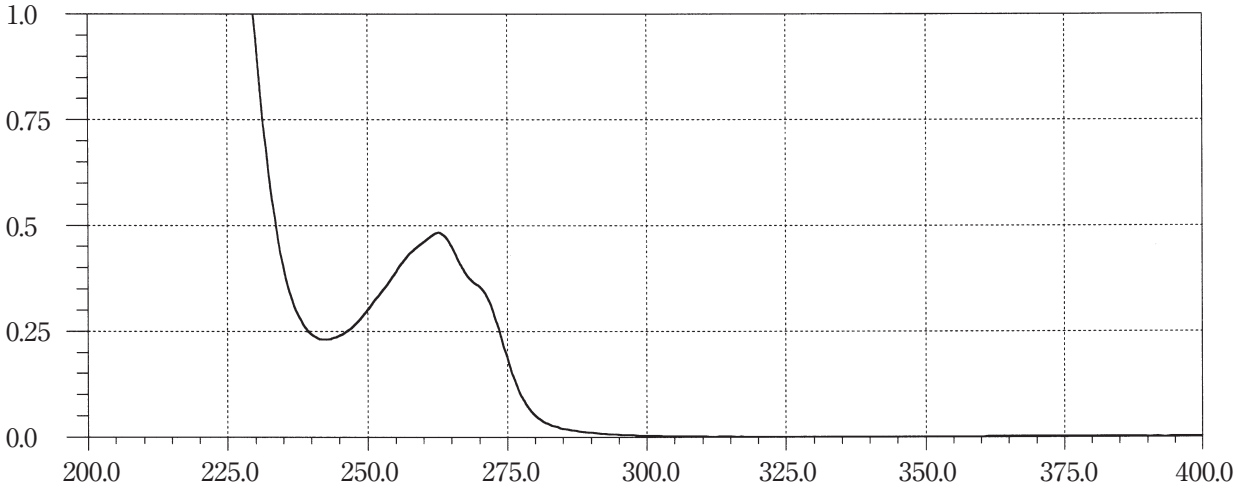
本品30mg＋2-プロパノール100mL，
この液5mL＋0.1mol/L塩酸試液10mL＋2-プロパノールを加えて100mL

バンコマイシン塩酸塩



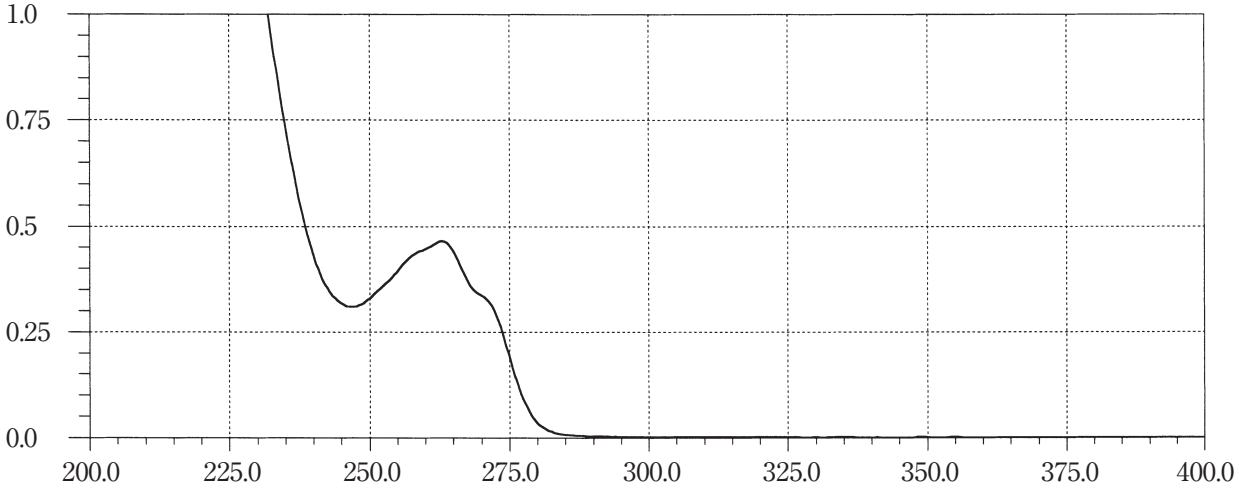
水溶液（1→10000）

ピコスルファートナトリウム水和物



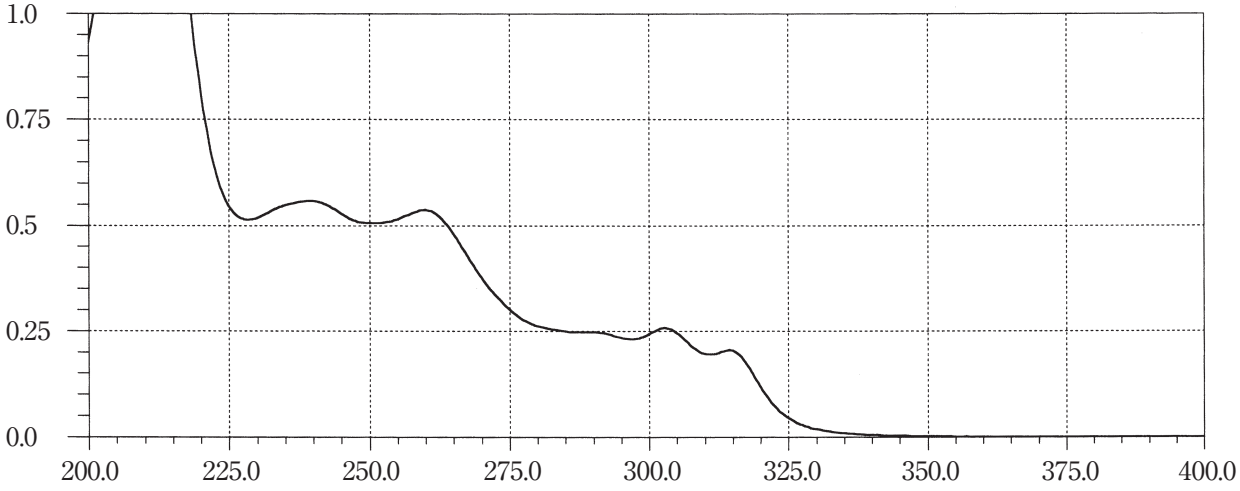
水溶液（1→25000）

ビサコジル



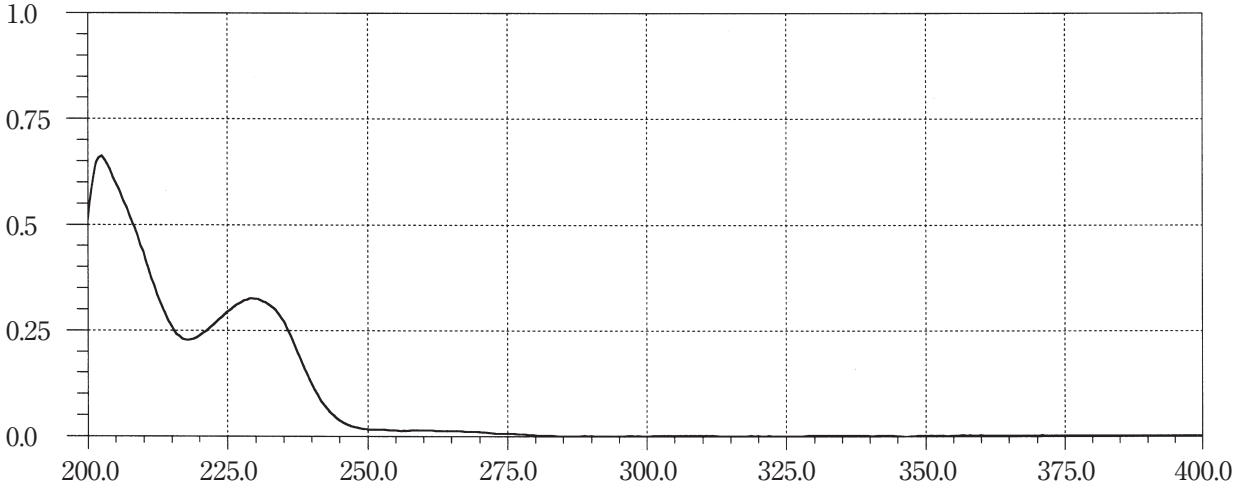
エタノール(95)溶液(3→100000)

ヒドララジン塩酸塩



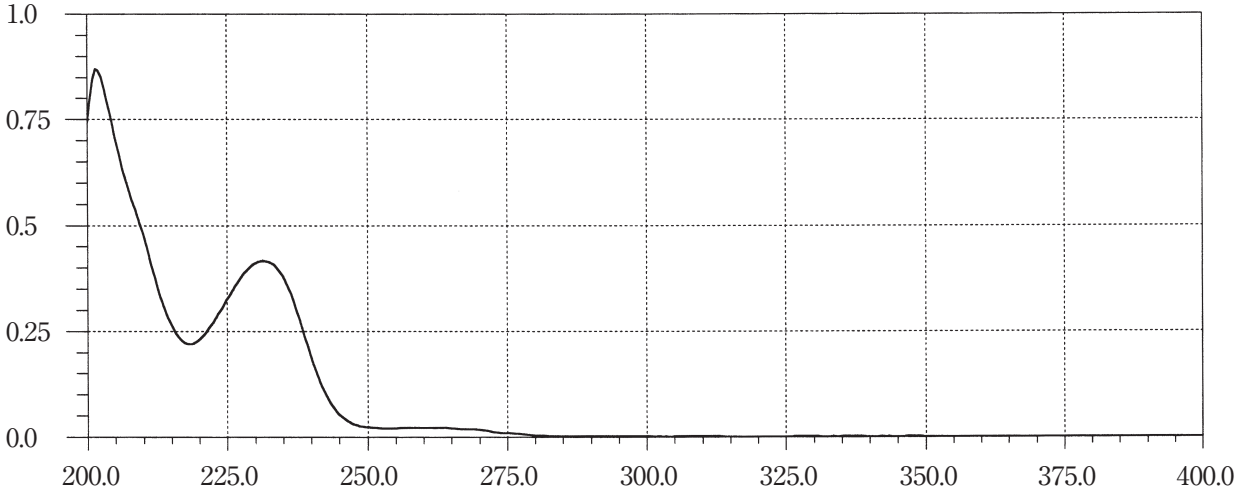
水溶液(1→100000)

ヒドロキシジン塩酸塩



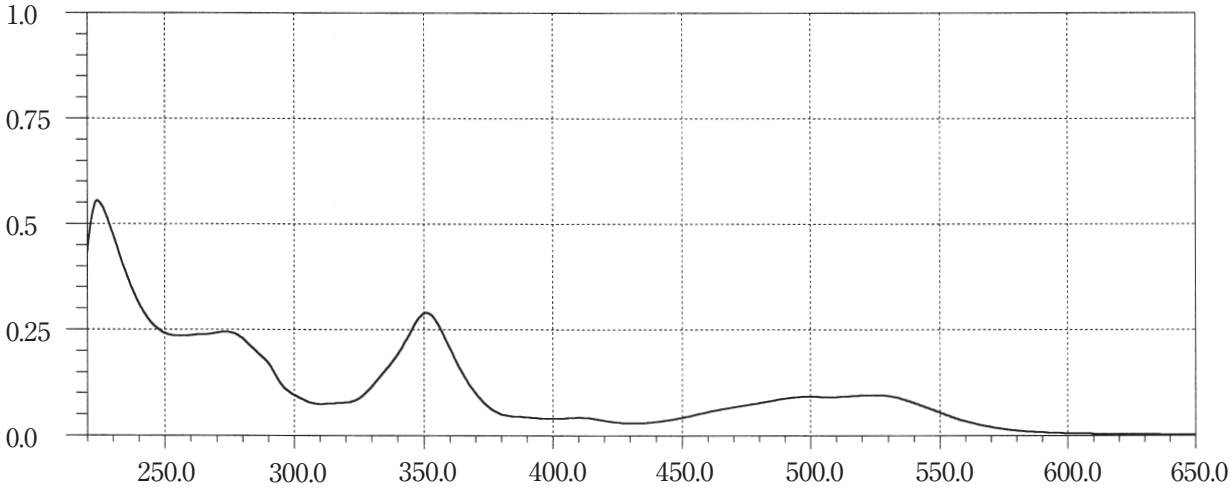
メタノール溶液(1→100000)

ヒドロキシジンパモ酸塩



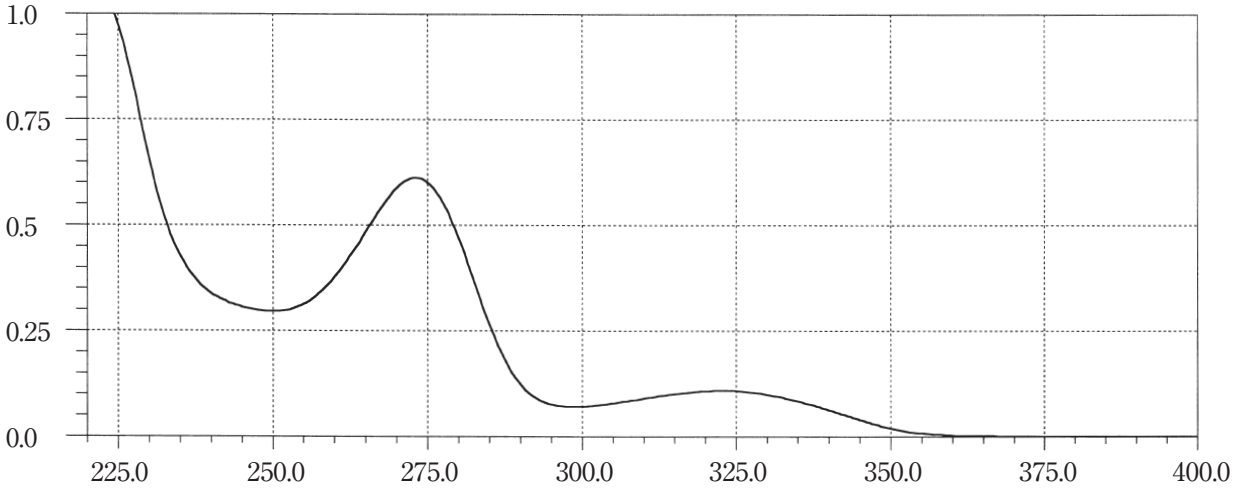
確認試験（１）の試料溶液2mLを水浴上で蒸発乾固，残留物に0.1mol/L塩酸試液を加えて500mL

ヒドロキソコバラミン酢酸塩



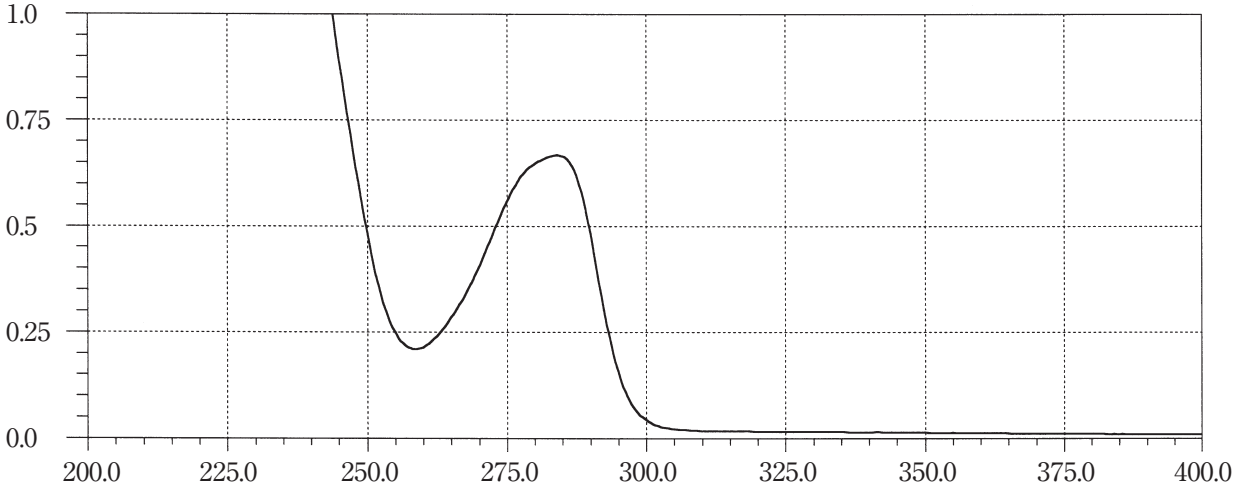
pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→50000)

ヒドロクロロチアジド



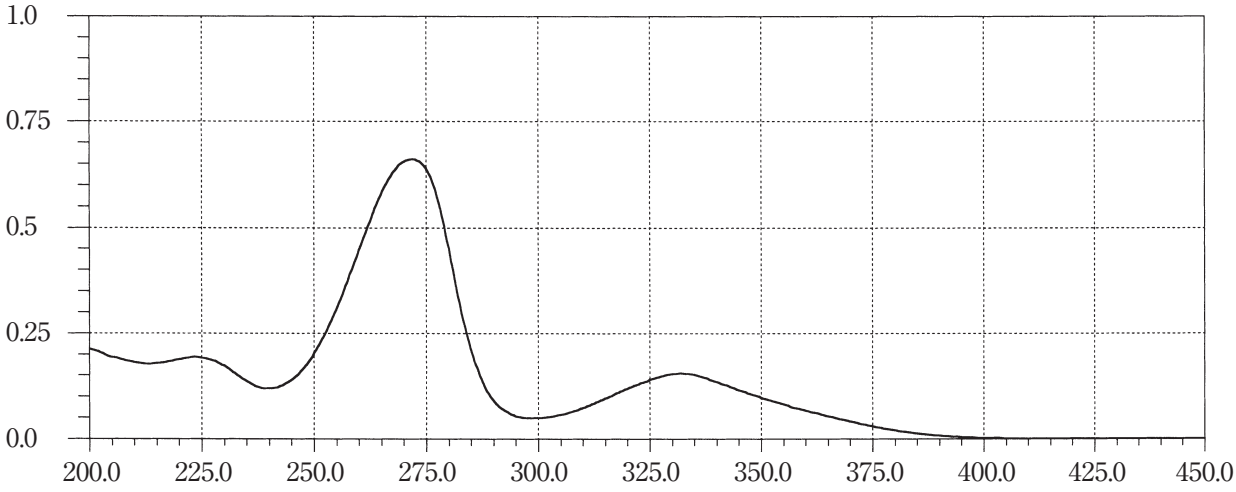
本品12mg＋水酸化ナトリウム試液100mL，この液10mLに水を加えて100mL

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物



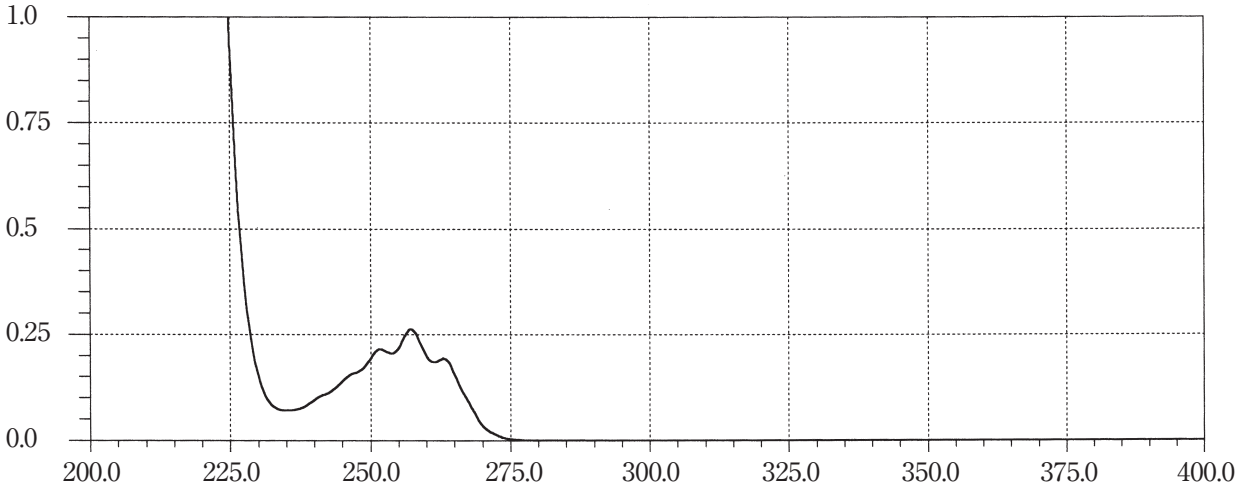
水溶液（1→10000）

ピペミド酸水和物



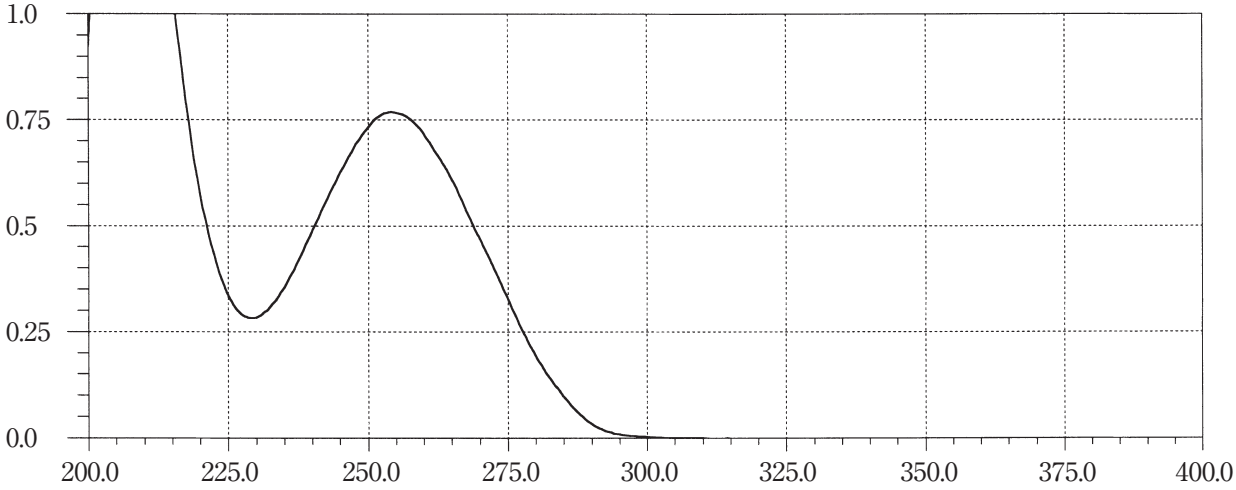
本品0.1g＋水酸化ナトリウム試液20mL＋水を加えて200mL，
この液1mLに水を加えて100mL

ビペリデン塩酸塩



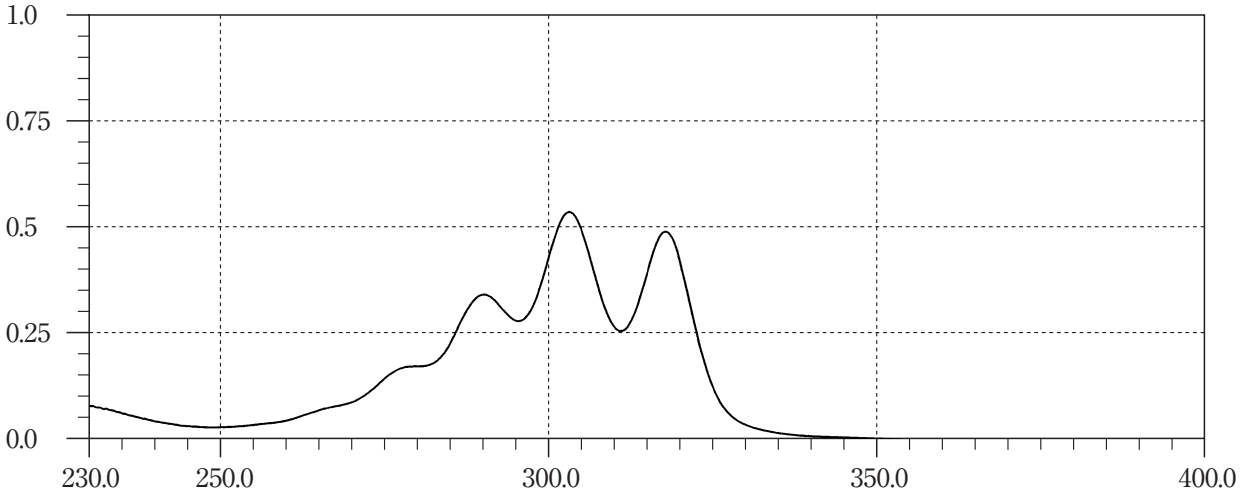
水溶液（1→2000）

ビホナゾール



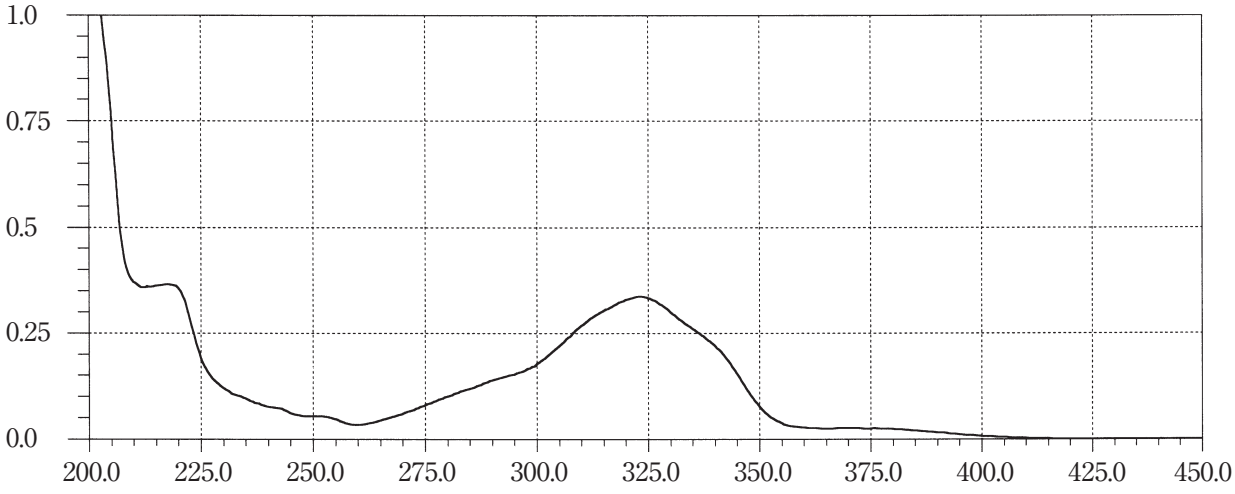
メタノール溶液(1→100000)

ピマリシン



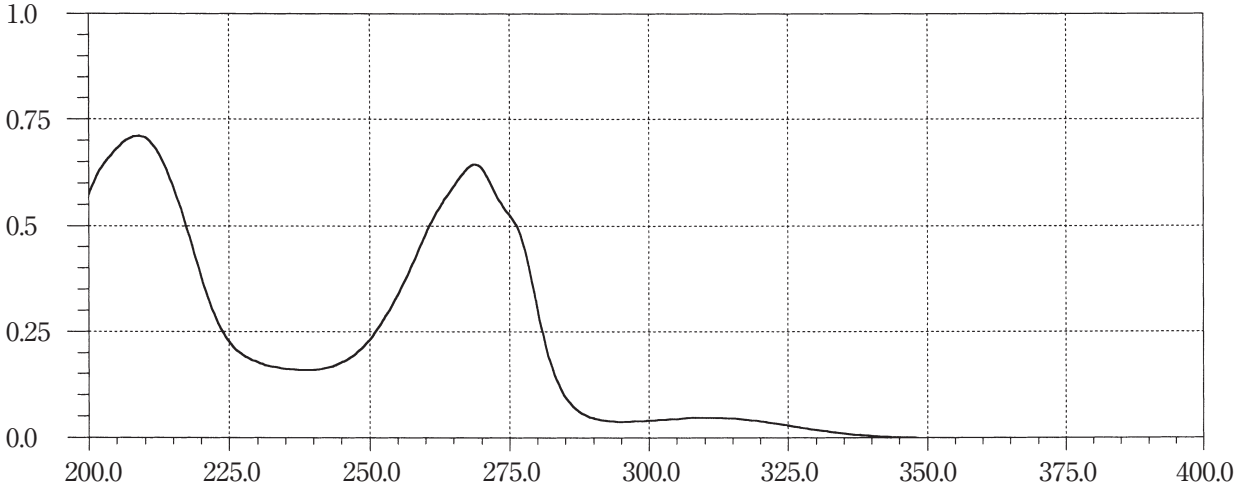
酢酸(100)のメタノール溶液(1→100)溶液(1→200000)

ヒメクロモン



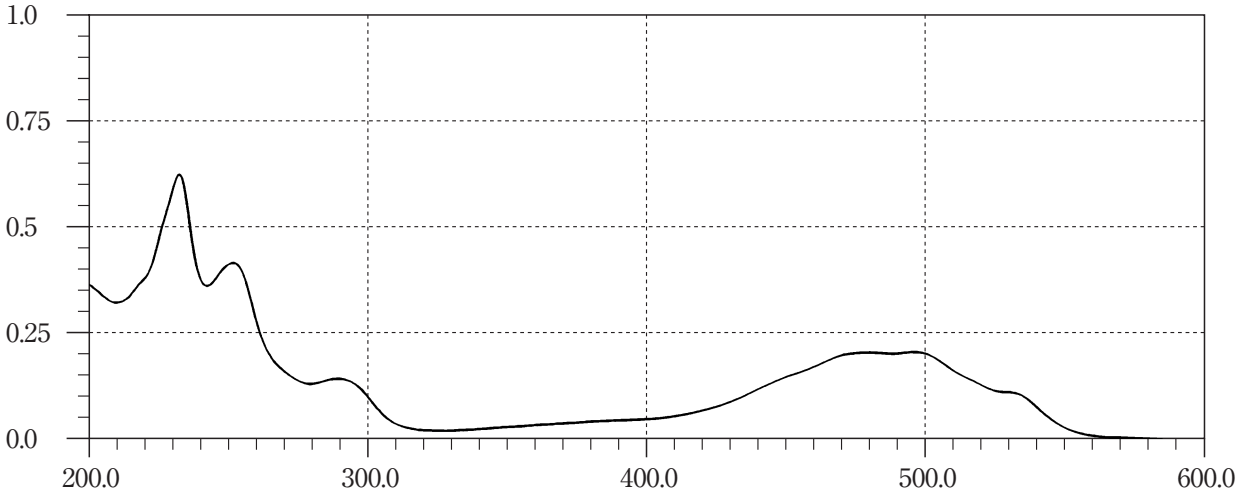
エタノール(99.5)溶液(1→250000)

ピラジナミド



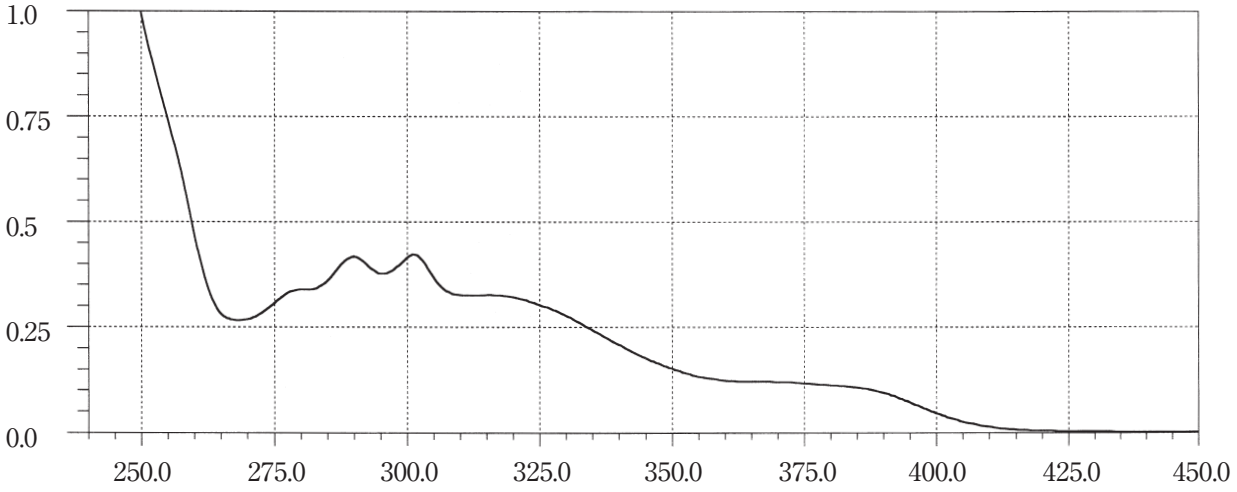
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

ピラルビシン



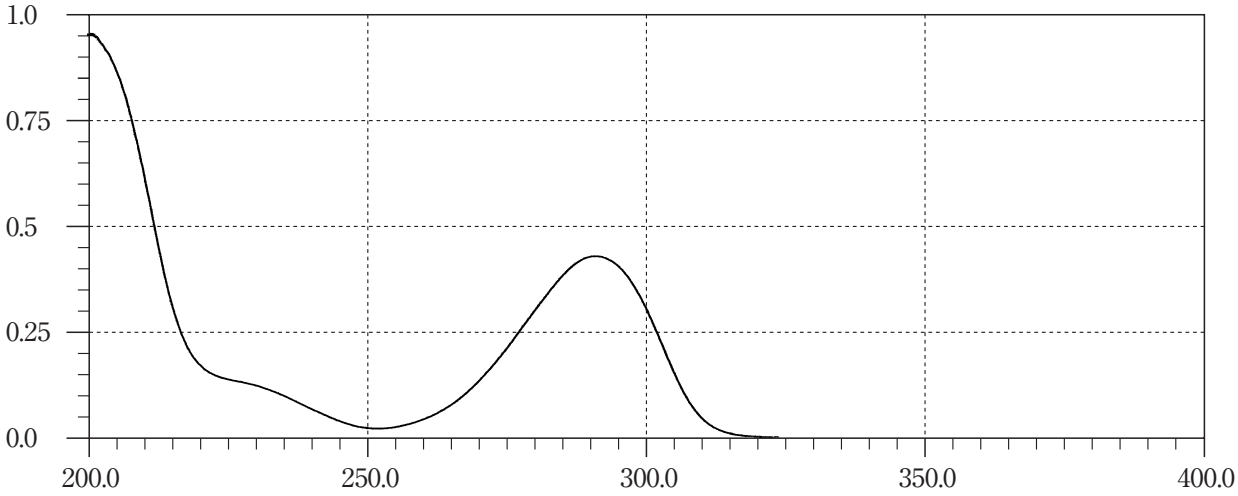
本品10mg ＋メタノール80mL＋薄めた塩酸（1→5000）6mL＋水を加えて100mL，
この液10mLに薄めたメタノール（4→5）を加えて100mL

ピランテルパモ酸塩



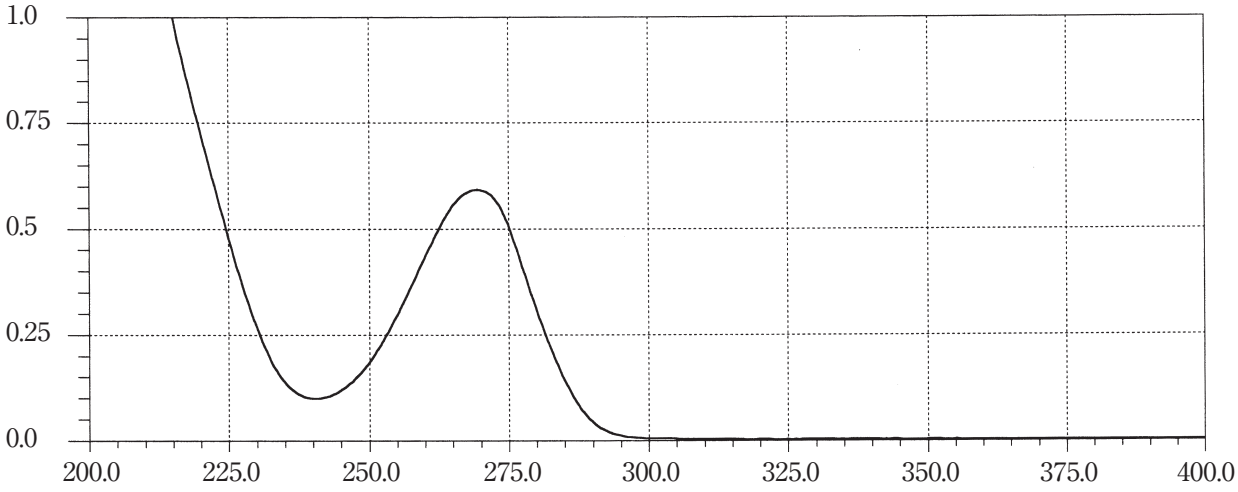
本品0.1g＋*N*,*N*-ジメチルホルムアミド50mL＋メタノールを加えて200mL，
この液2mLに塩酸のメタノール溶液（9→1000）を加えて100mL

ピリドキシン塩酸塩



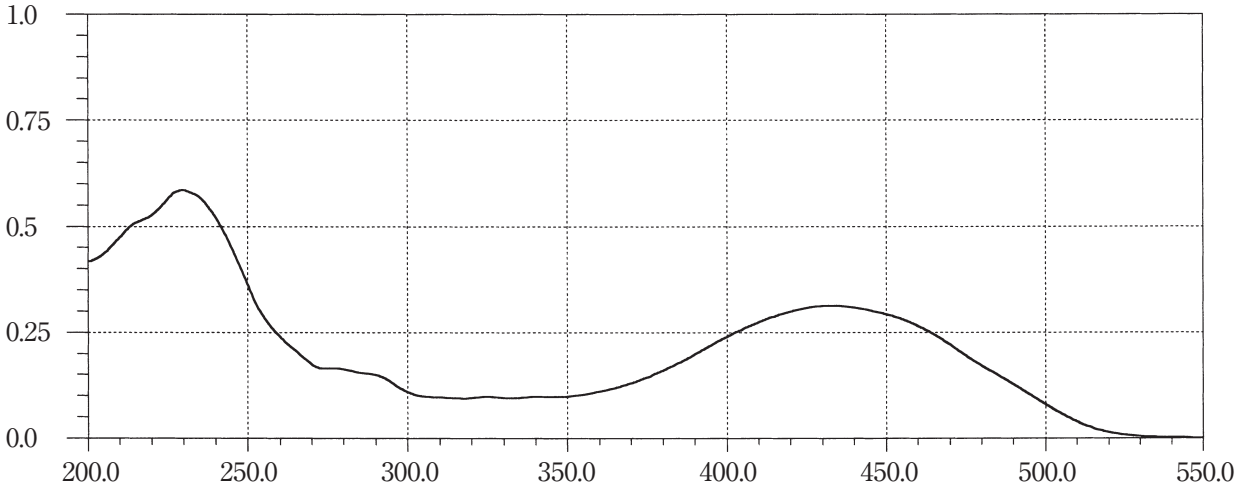
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

ピリドスチグミン臭化物



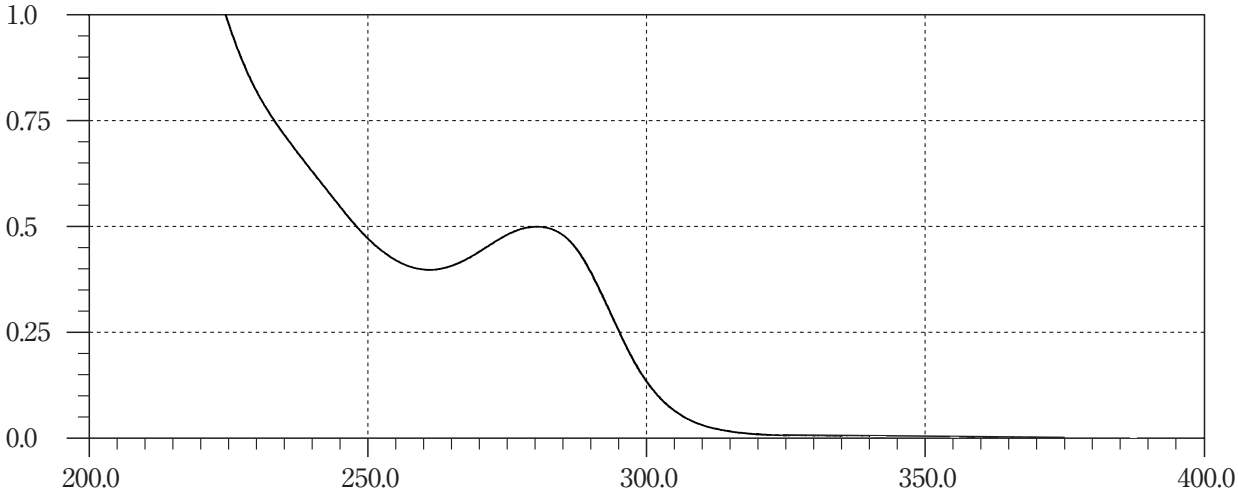
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→30000）

ピレノキシン



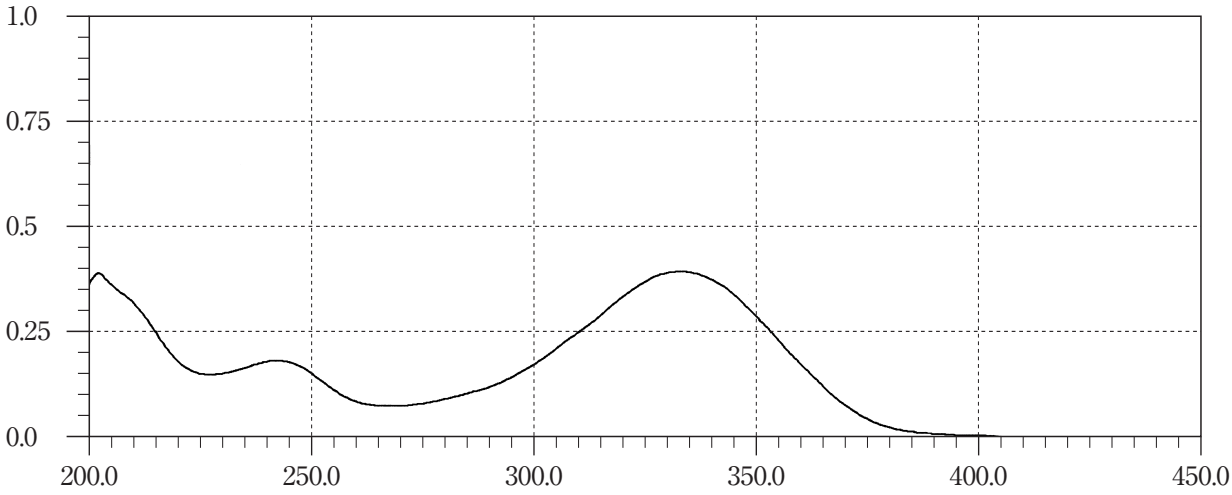
pH6.5のリン酸塩緩衝液溶液（1→200000）

ピレンゼピン塩酸塩水和物



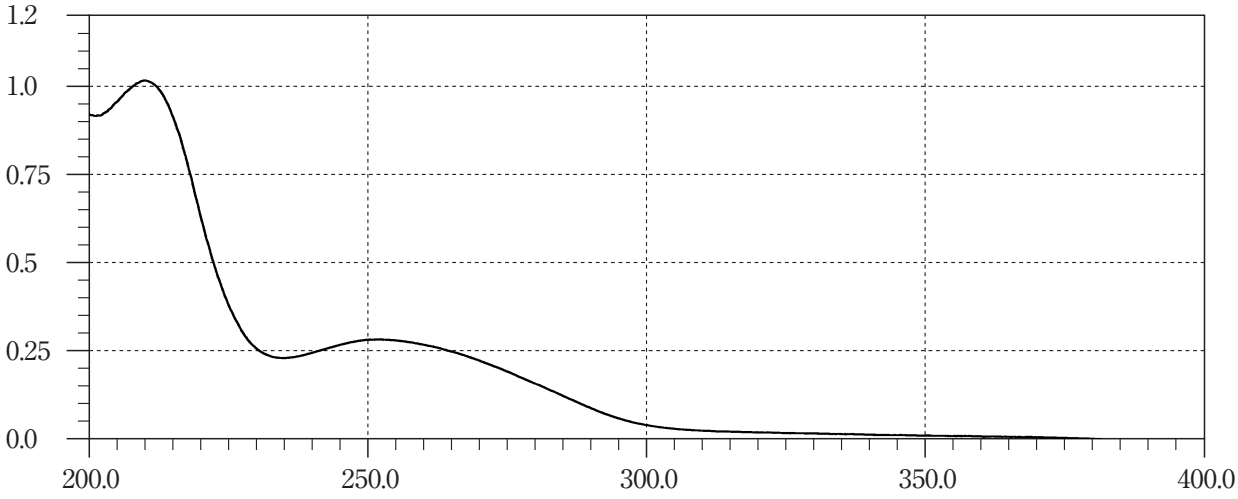
水溶液（1→40000）

ピロキシカム



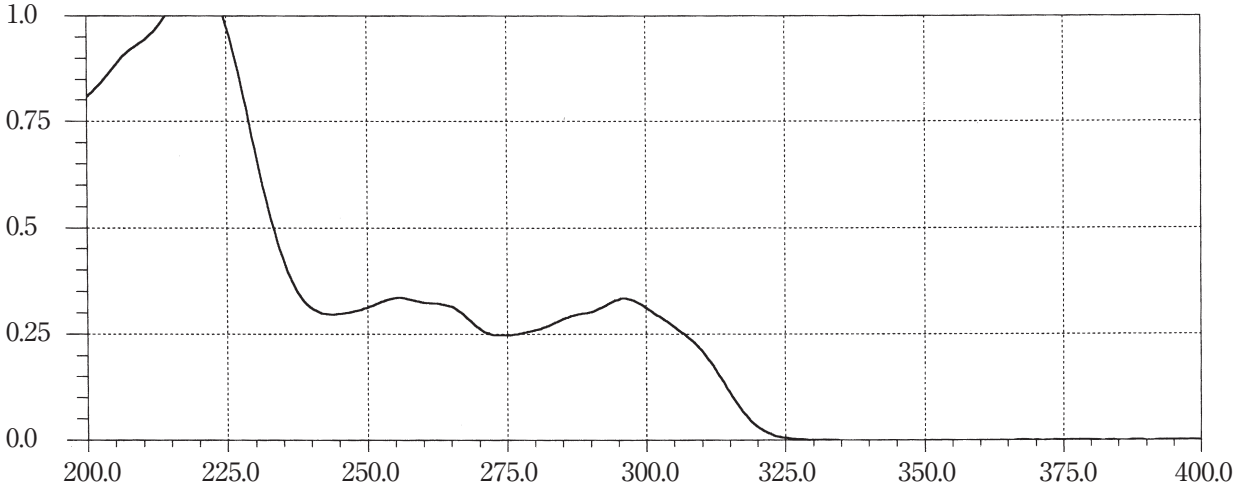
メタノール/0.5mol/L 塩酸試液混液（490：1）溶液（1→200000）

ピロールニトリン



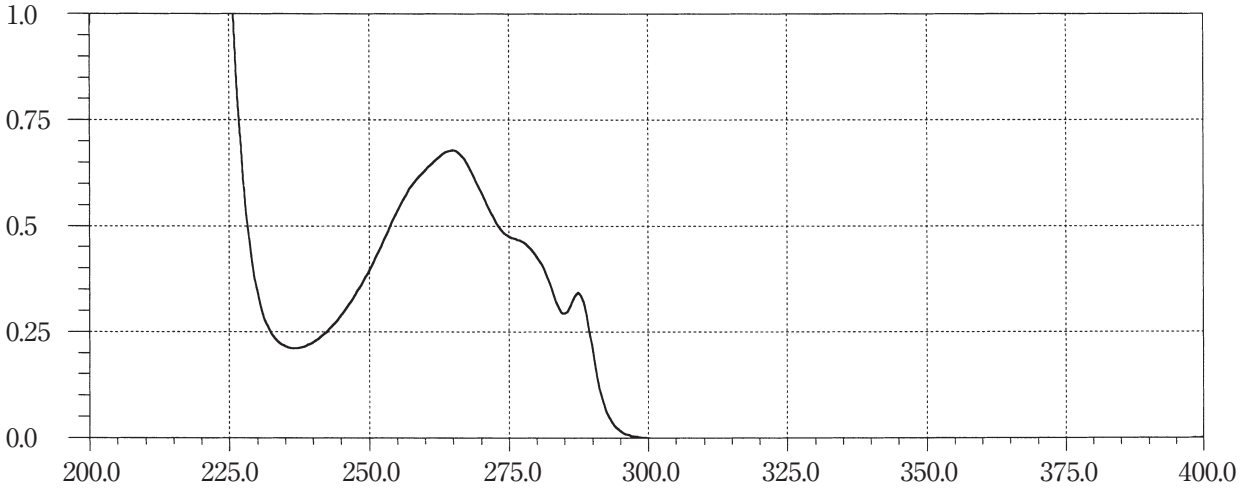
エタノール（95）溶液（1→100000）

ビンクリスチン硫酸塩



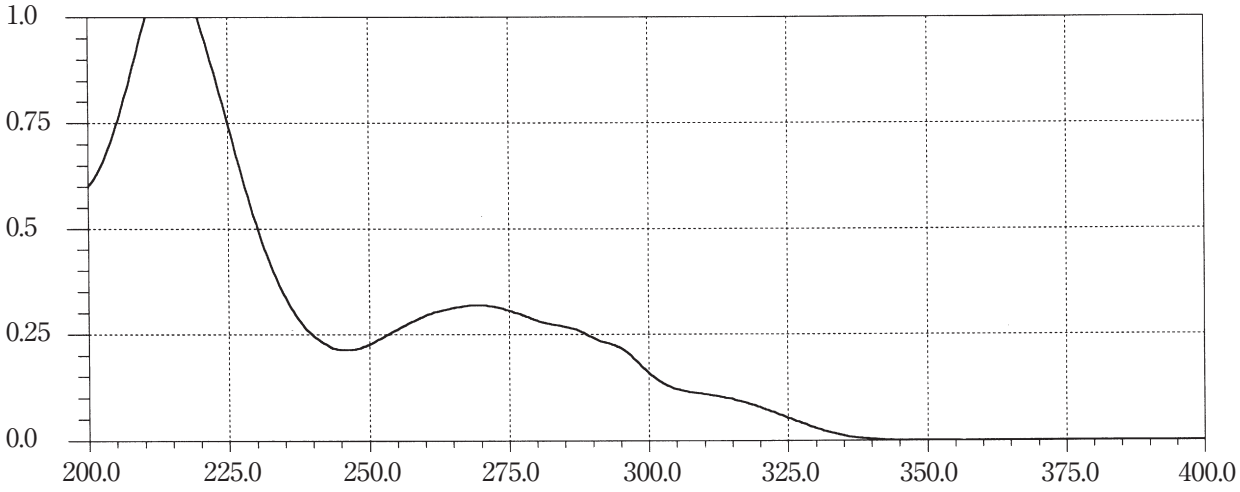
水溶液（1→50000）

ピンドロール



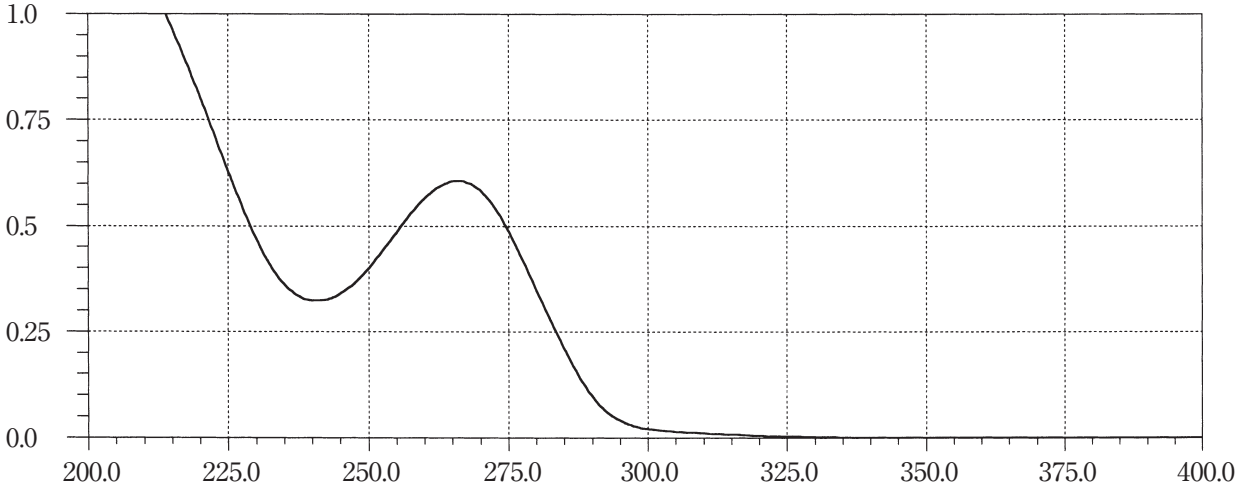
メタノール溶液（1→50000）

ビンブラスチン硫酸塩



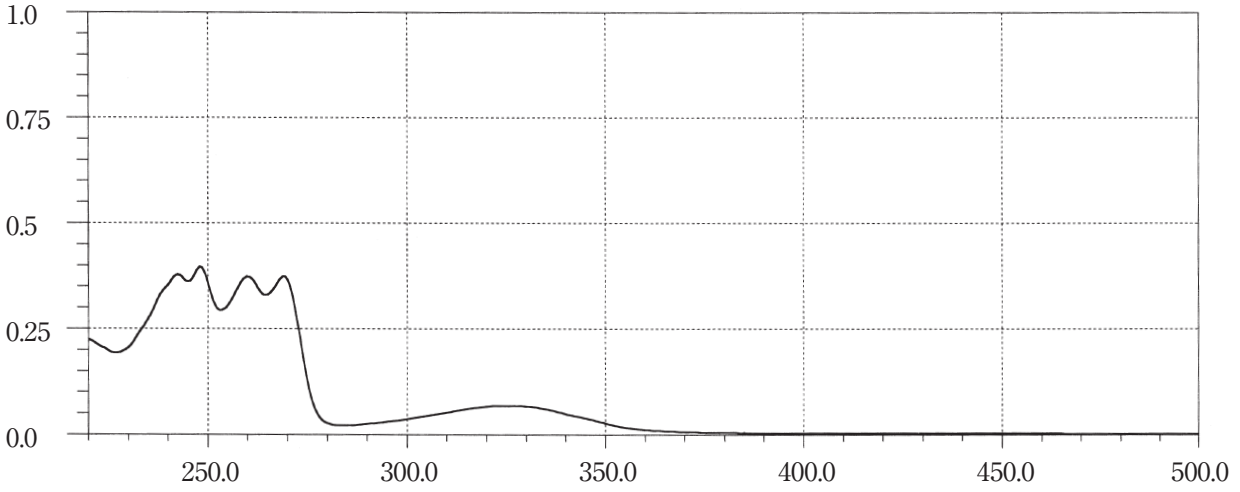
水溶液（1→50000）

ファモチジン



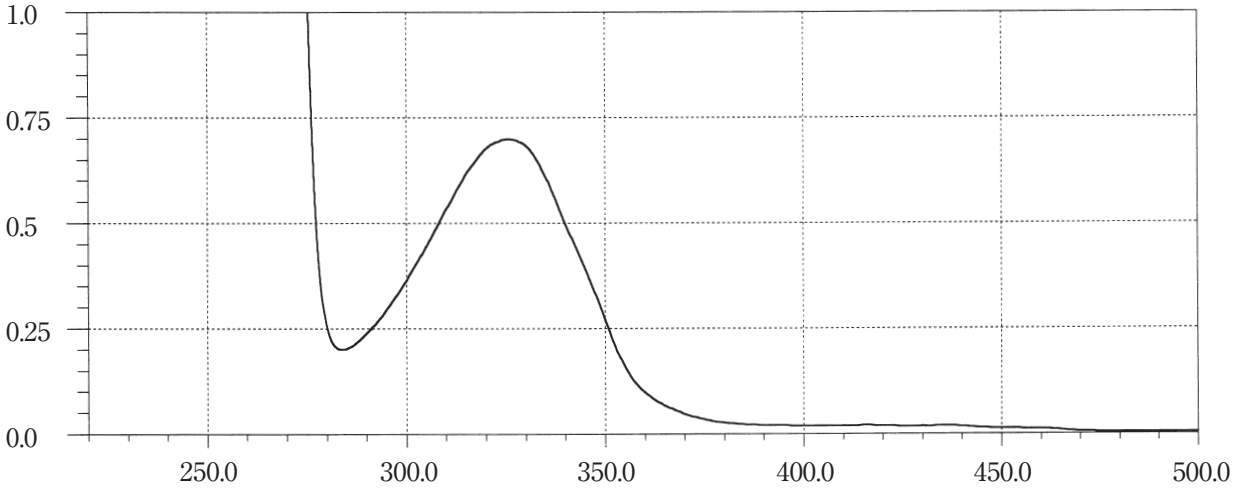
0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液(1→50000)

フィトナジオン 1



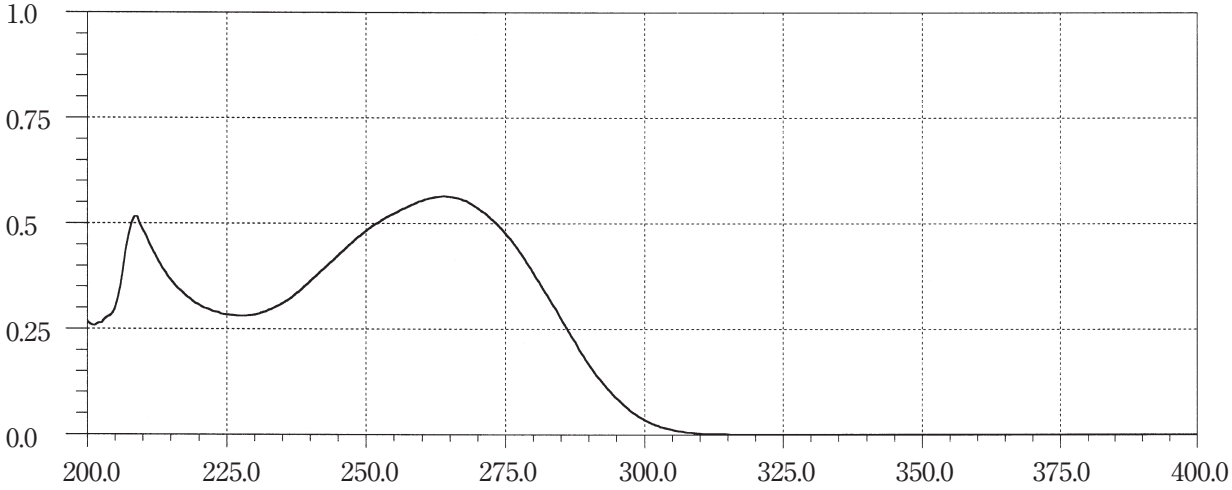
イソオクタン溶液(1→100000)

フィトナジオン 2



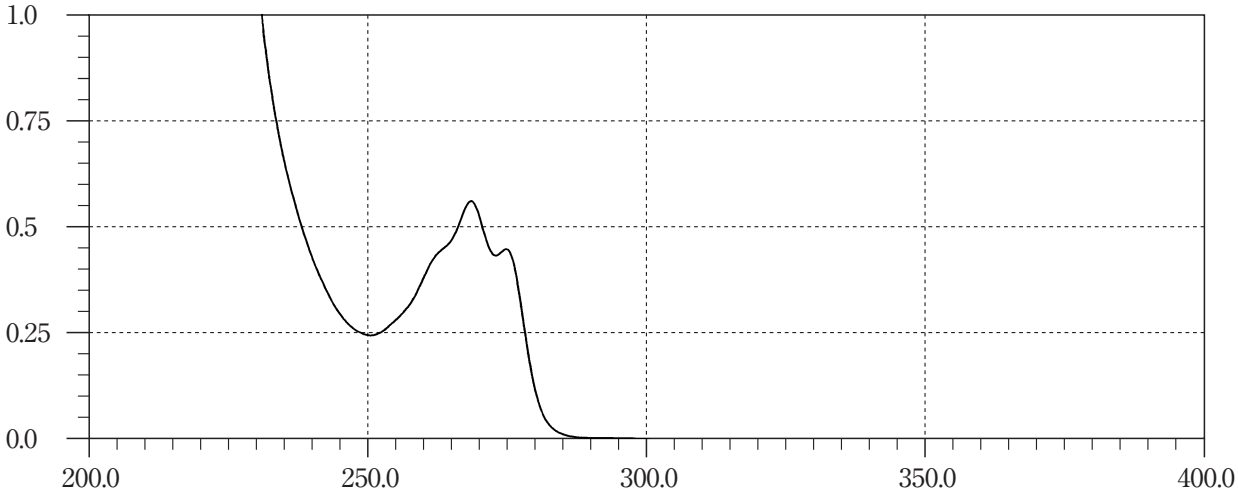
イソオクタン溶液(1→10000)

フェニルブタゾン



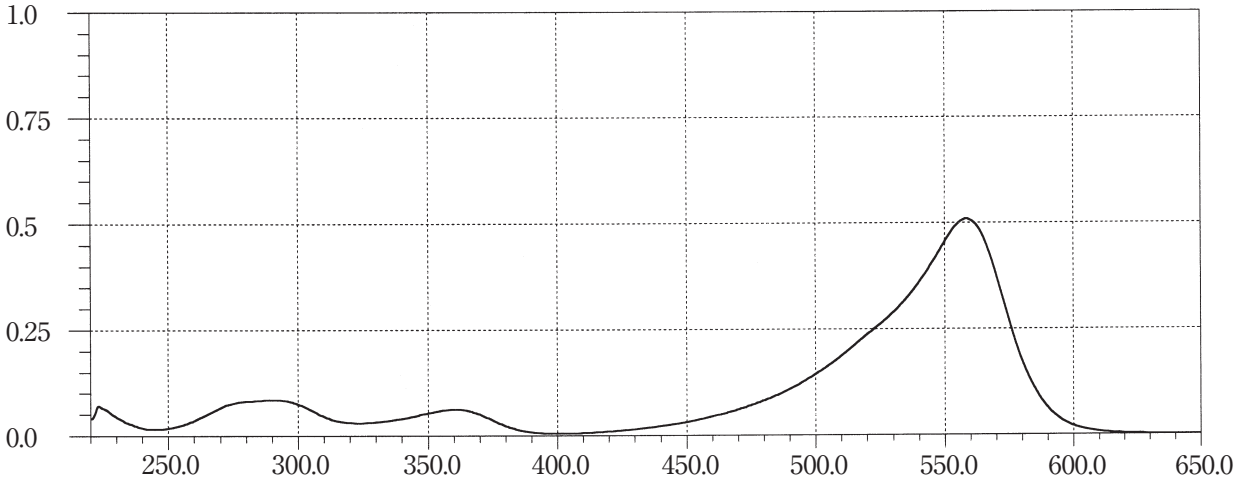
本品1mg＋希水酸化ナトリウム試液10mL＋水を加えて100mL

フェネチシリンカリウム



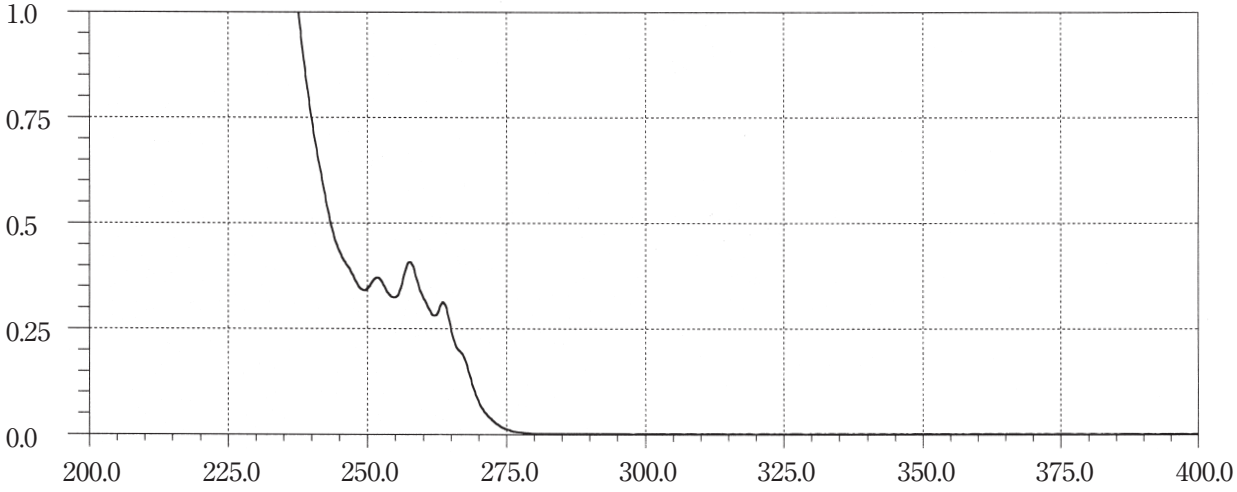
水溶液（1→5000）

フェノールスルホンフタレイン



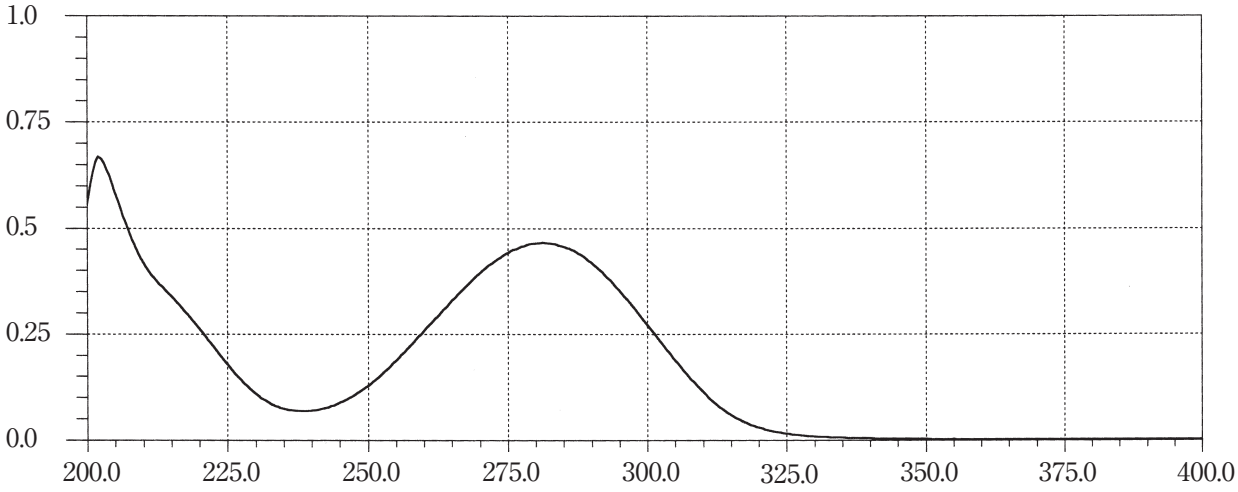
薄めた炭酸ナトリウム試液（1→10）溶液（1→400000）

フェンタニルクエン酸塩



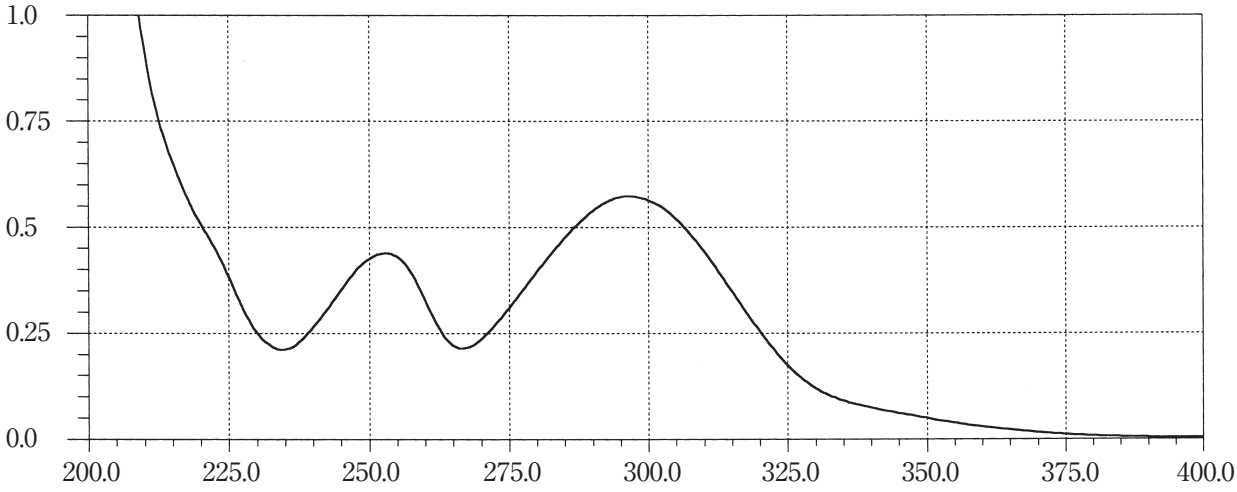
本品0.05g＋0.1mol/L塩酸試液10mL＋エタノール(95)を加えて100mL

フェンブフェン



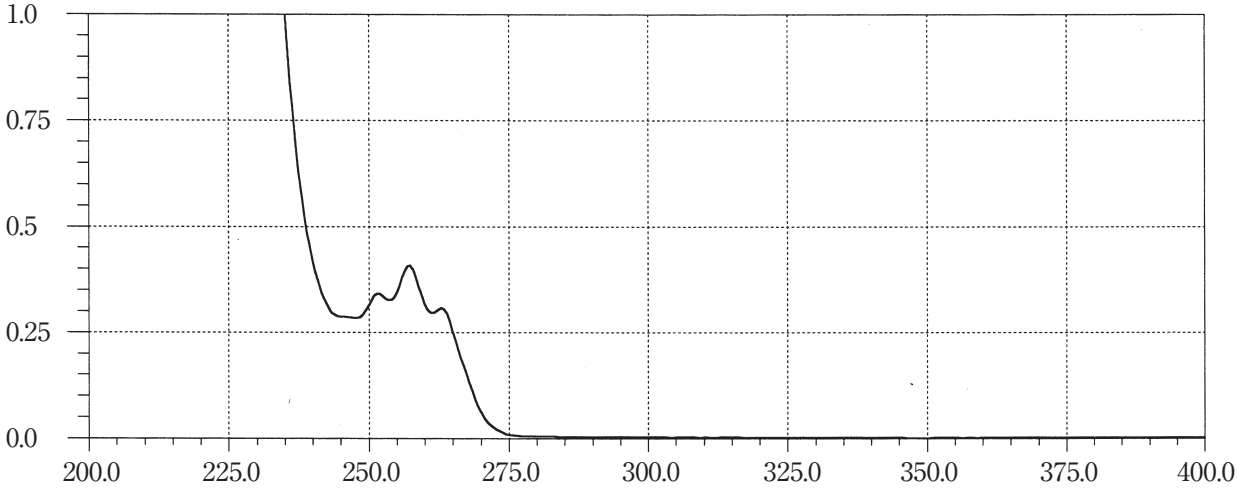
エタノール(95)溶液(1→200000)

ブクモロール塩酸塩



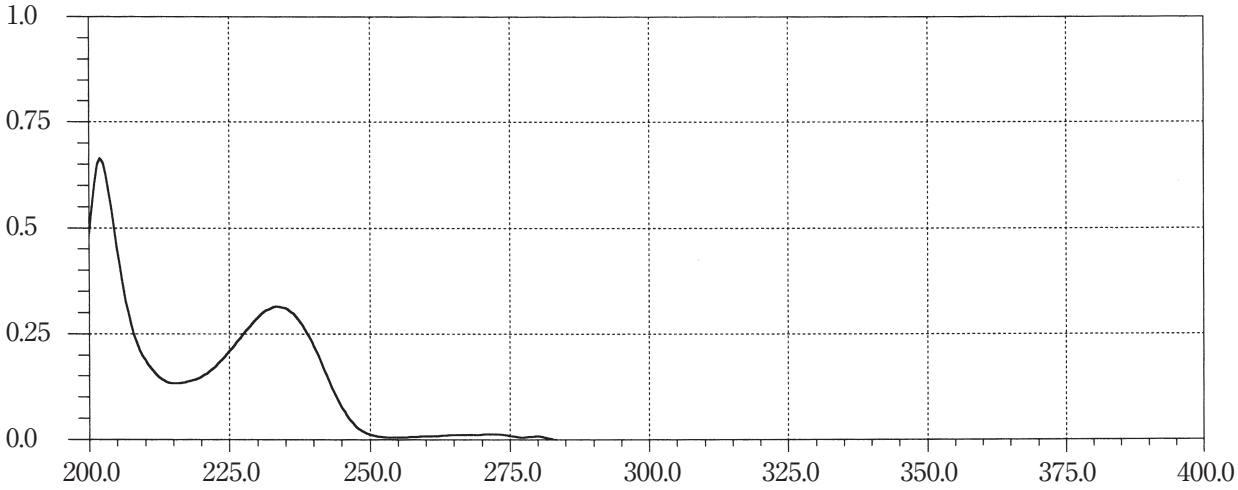
水溶液(1→60000)

ブチルスコポラミン臭化物



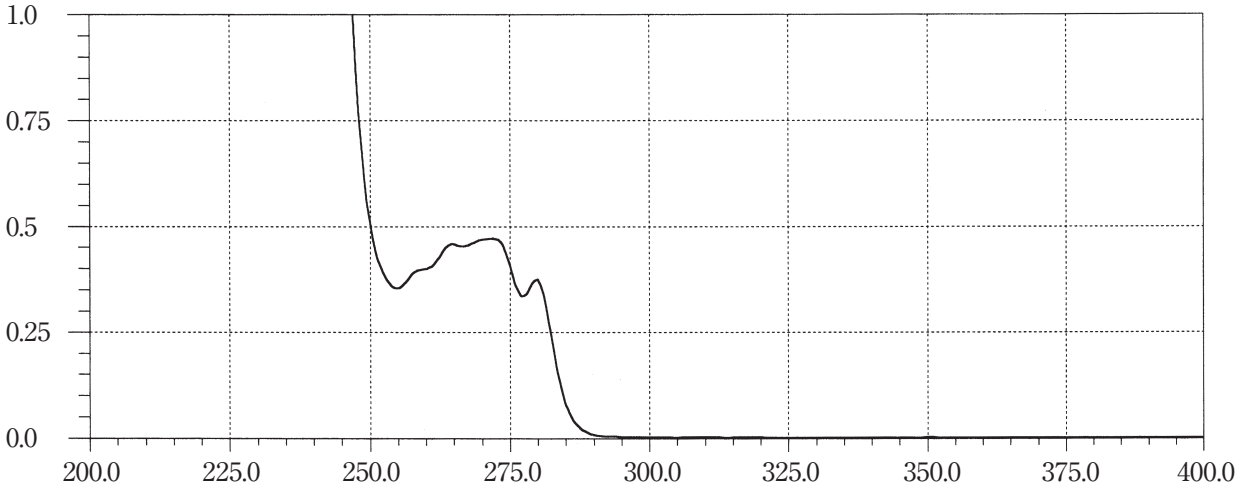
水溶液（1→1000）

ブトロピウム臭化物 1



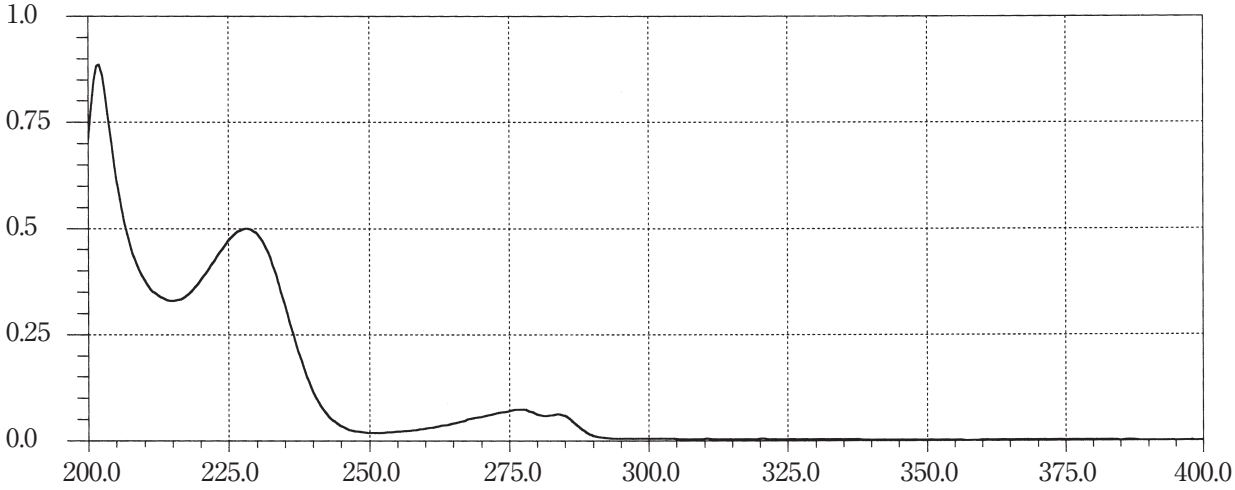
メタノール溶液（1→100000）

ブトロピウム臭化物 2



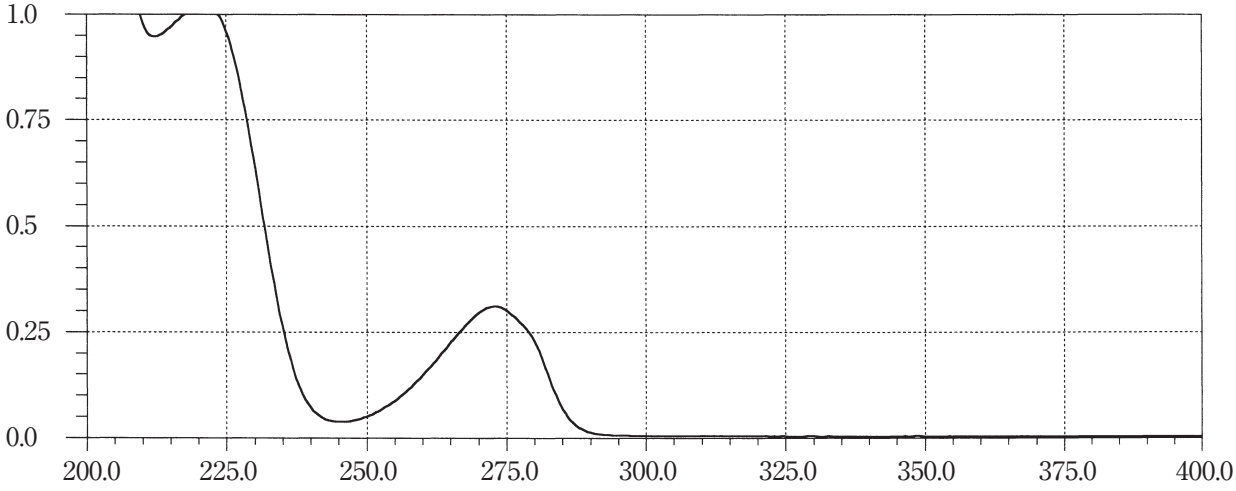
メタノール溶液（1→5000）

ブフェキサマク



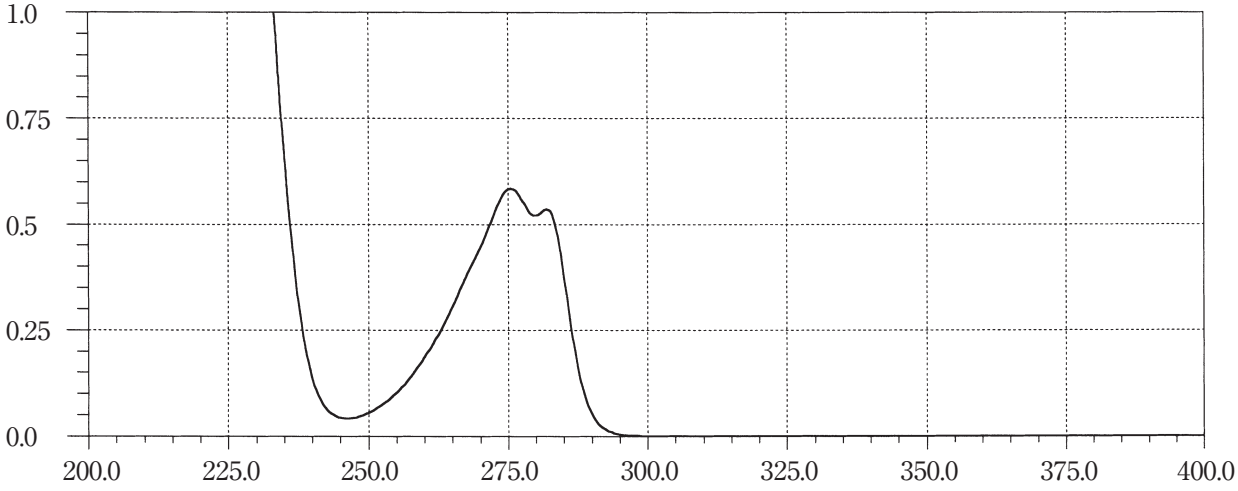
エタノール(95)溶液(1→100000)

ブフェトロール塩酸塩



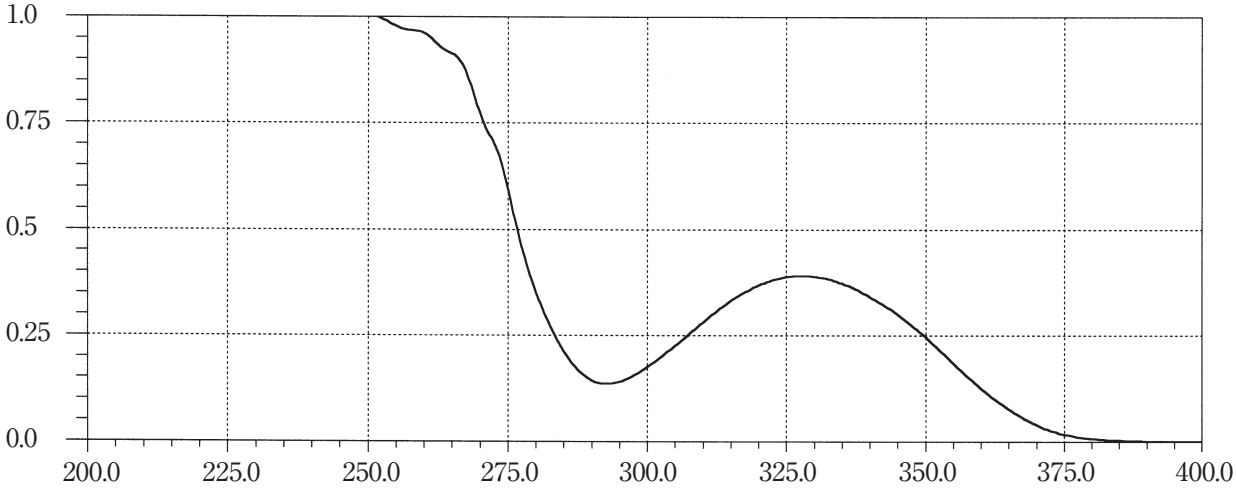
水溶液(1→20000)

ブプラノロール塩酸塩



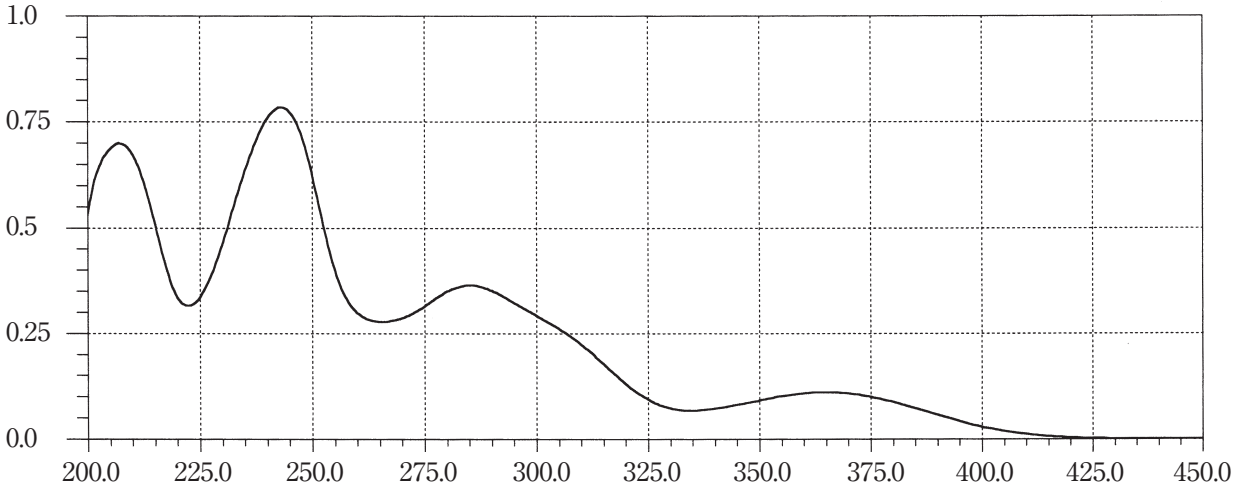
0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)

ブメタニド



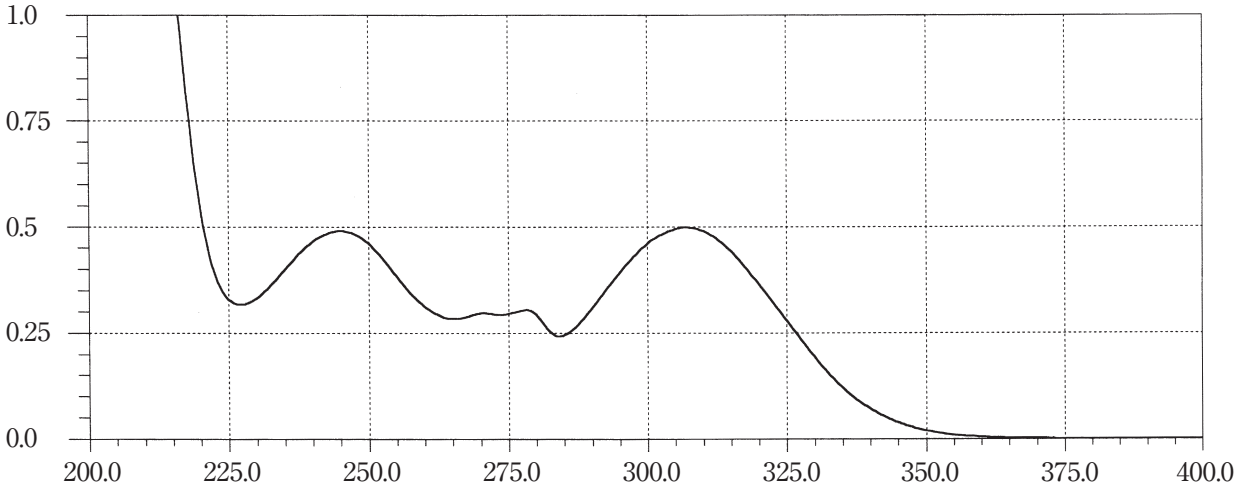
本品0.04g＋pH7.0のリン酸塩緩衝液100mL，この液10mLに水を加えて100mL

プラゼパム



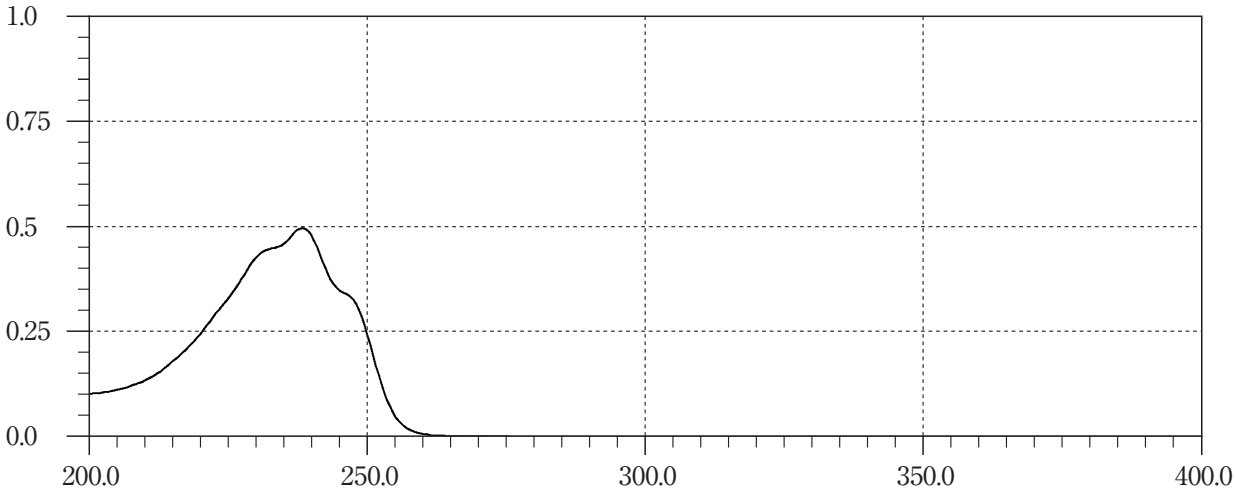
本品0.01g＋硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)1000mL

プラノプロフェン



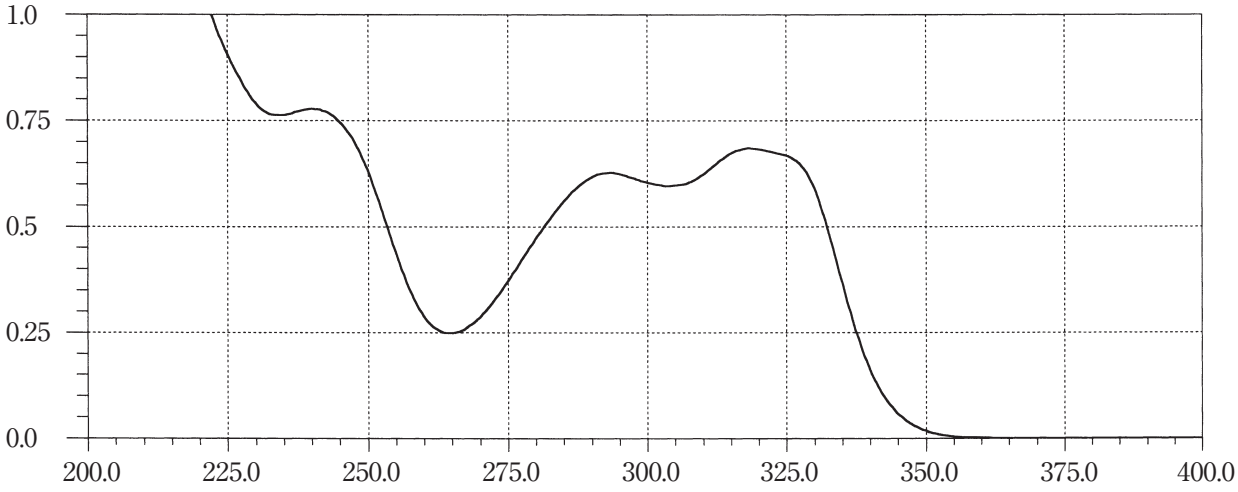
1mol/L塩酸試液溶液(1→5000)，この液10mLに水を加えて100mL

プラバスタチンナトリウム



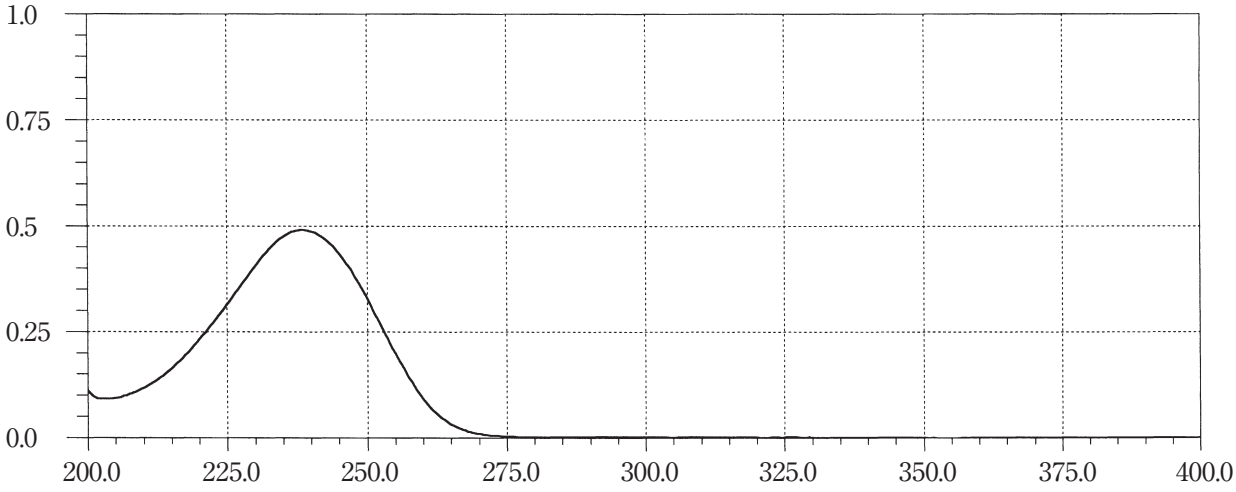
水溶液（1→100000）

フラボキサート塩酸塩



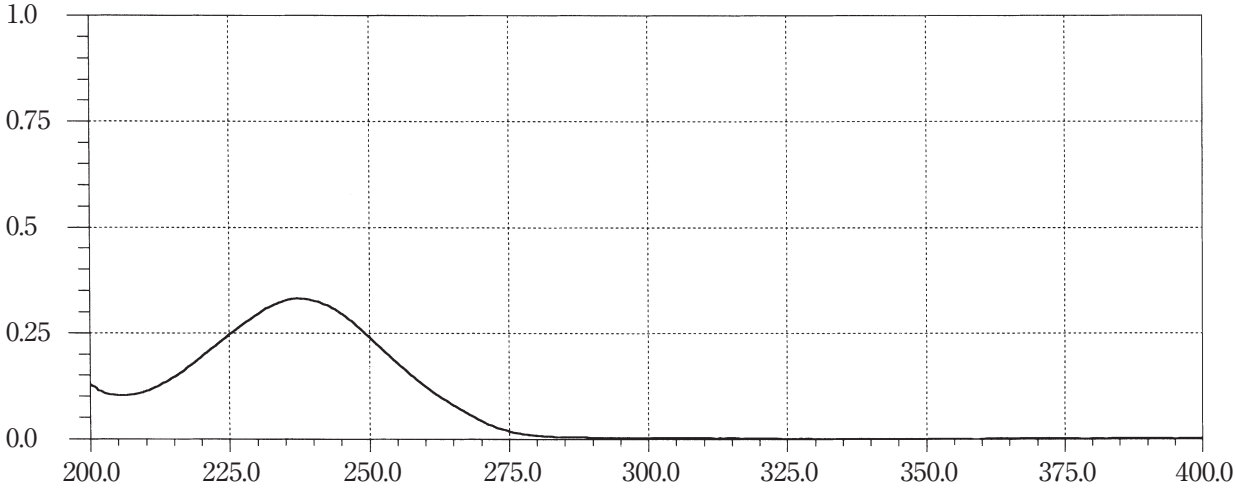
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

フルオキシメステロン



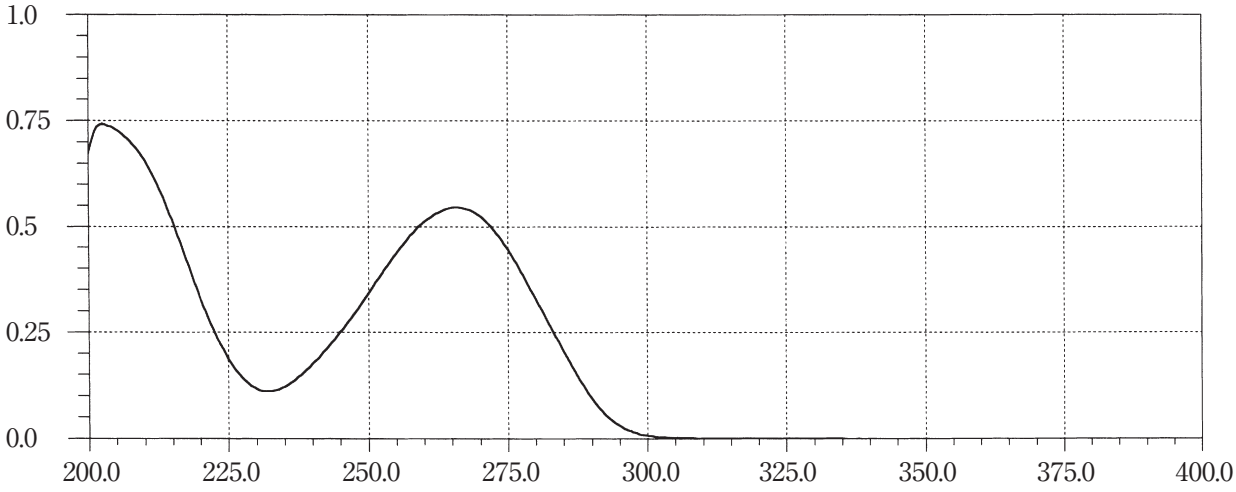
エタノール（95）溶液（1→100000）

フルオシノニド



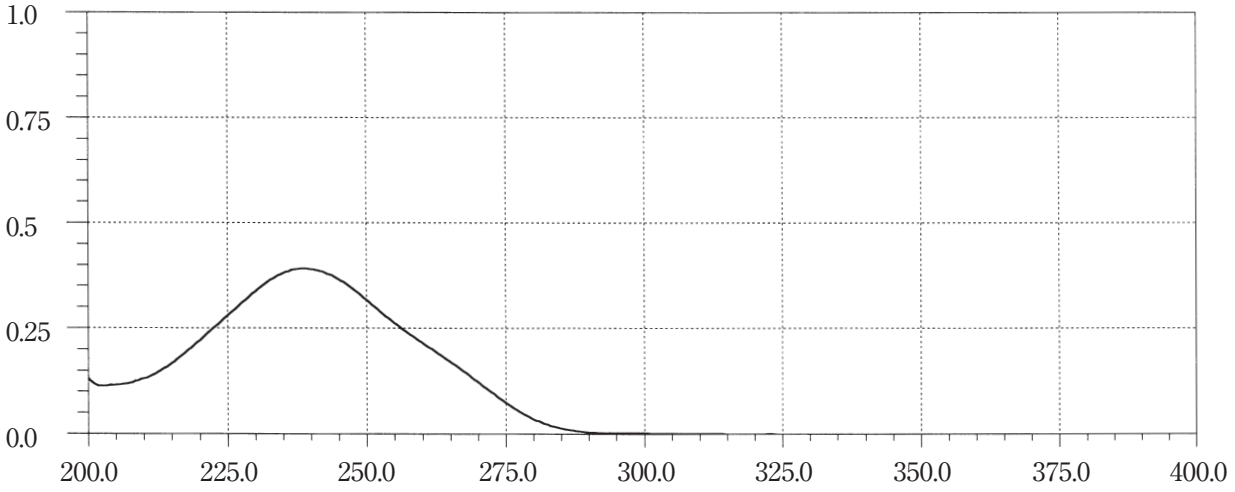
メタノール溶液（1→100000）

フルオロウラシル



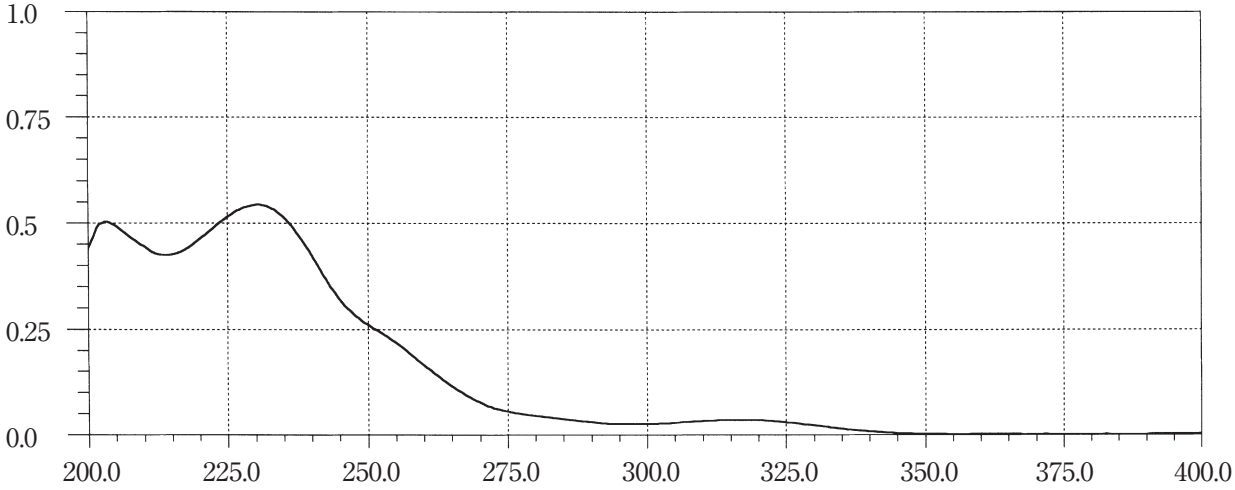
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

フルオロメトロン



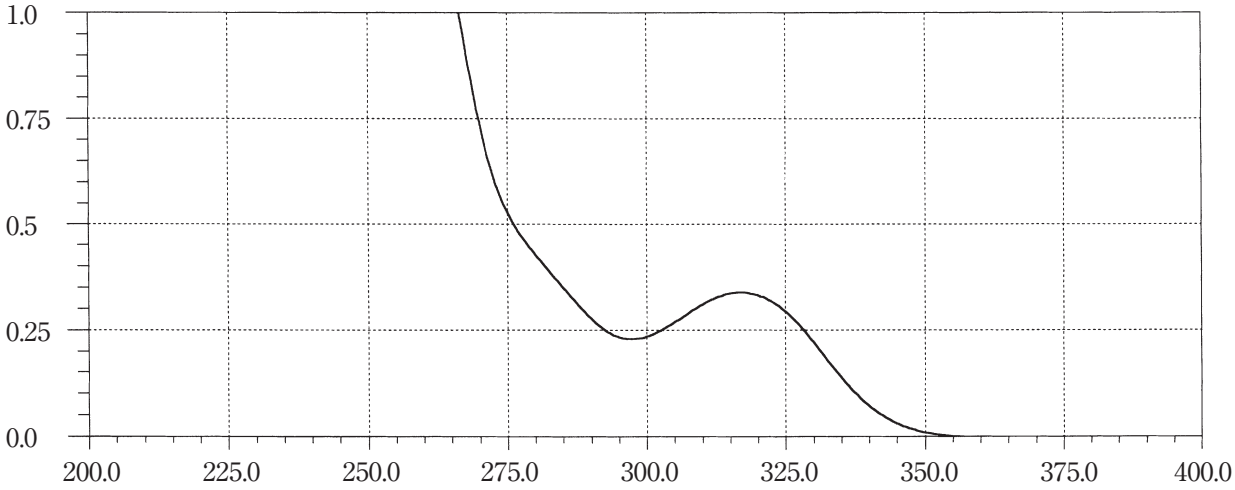
メタノール溶液（1→100000）

フルジアゼパム 1



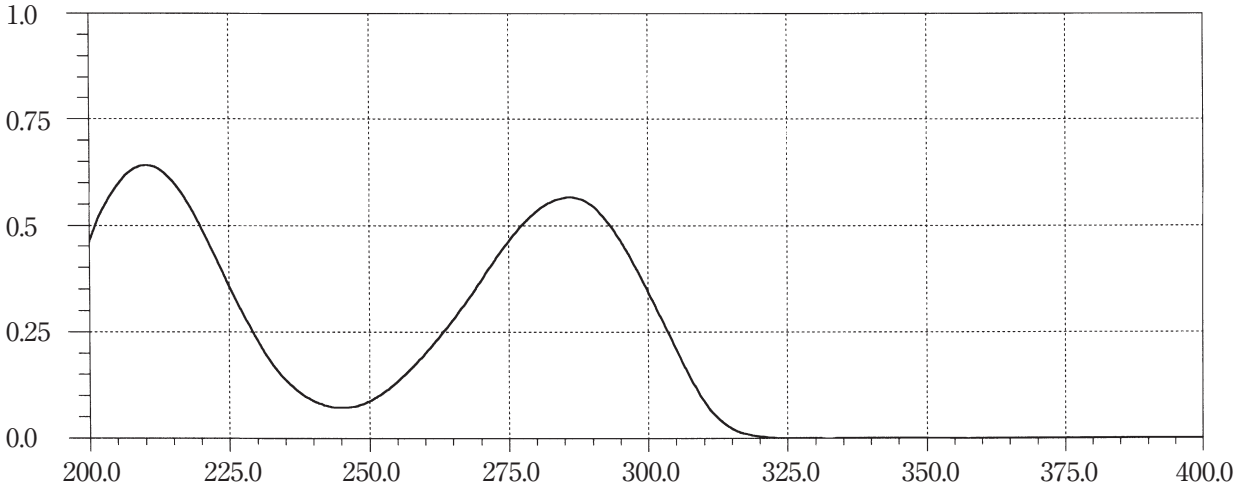
メタノール溶液（1→200000）

フルジアゼパム 2



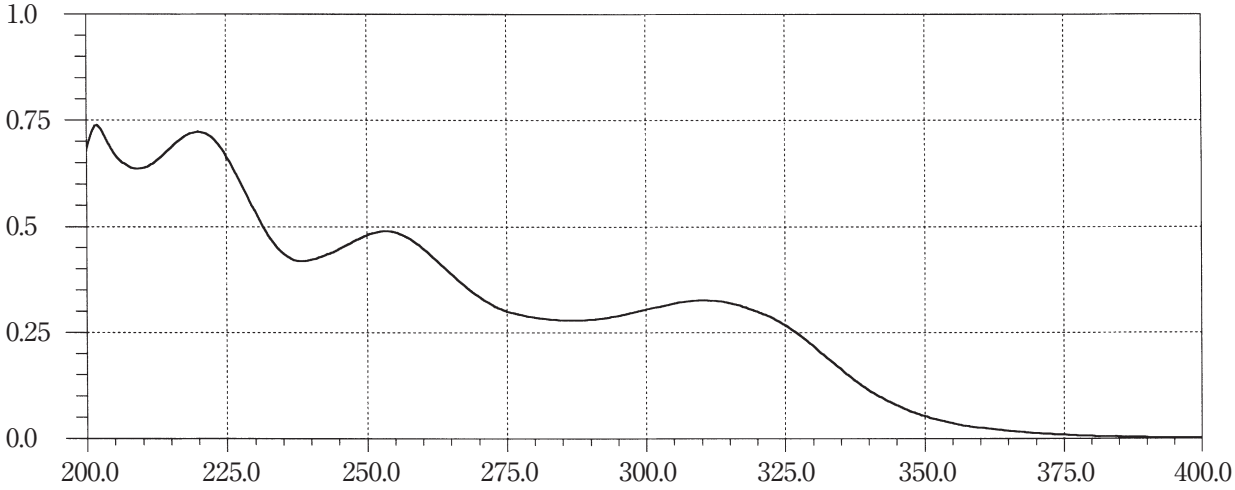
メタノール溶液（1→20000）

フルシトシン



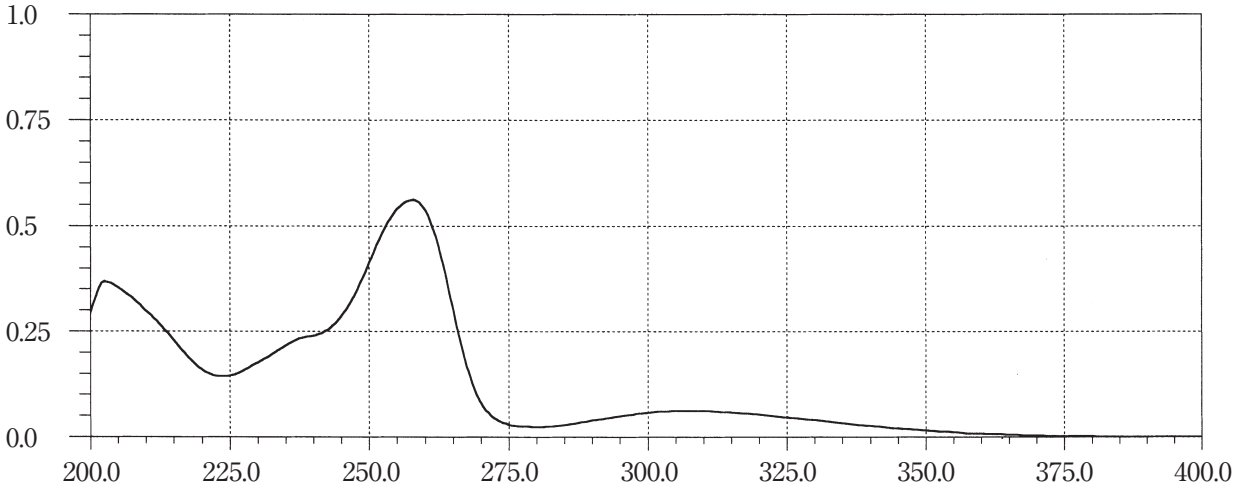
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→125000）

フルニトラゼパム



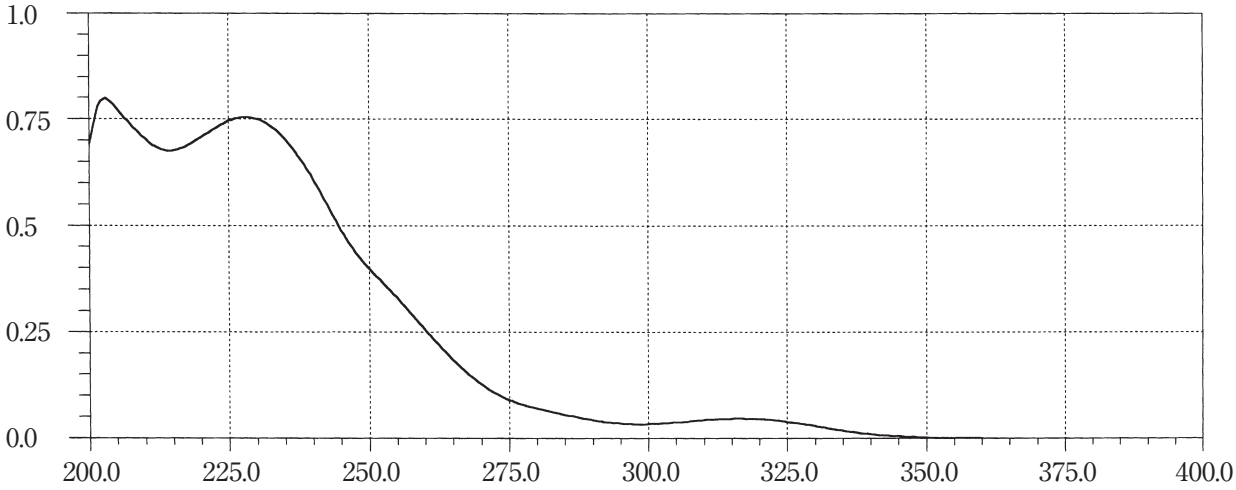
エタノール(99.5)溶液(1→100000)

フルフェナジンエナント酸エステル



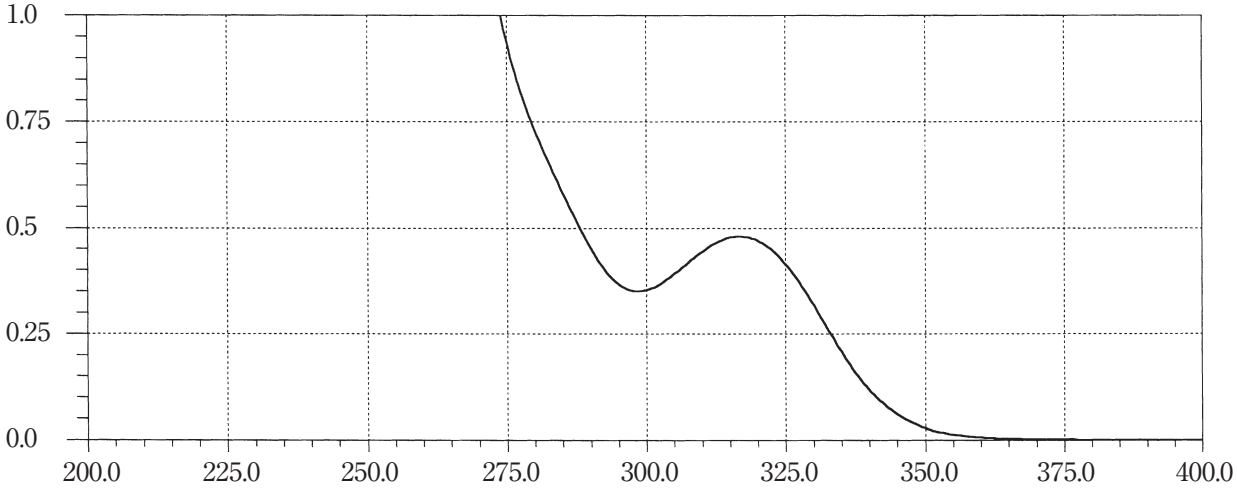
本品2mg＋塩酸のメタノール溶液(17→2000)200mL

フルラゼパム 1



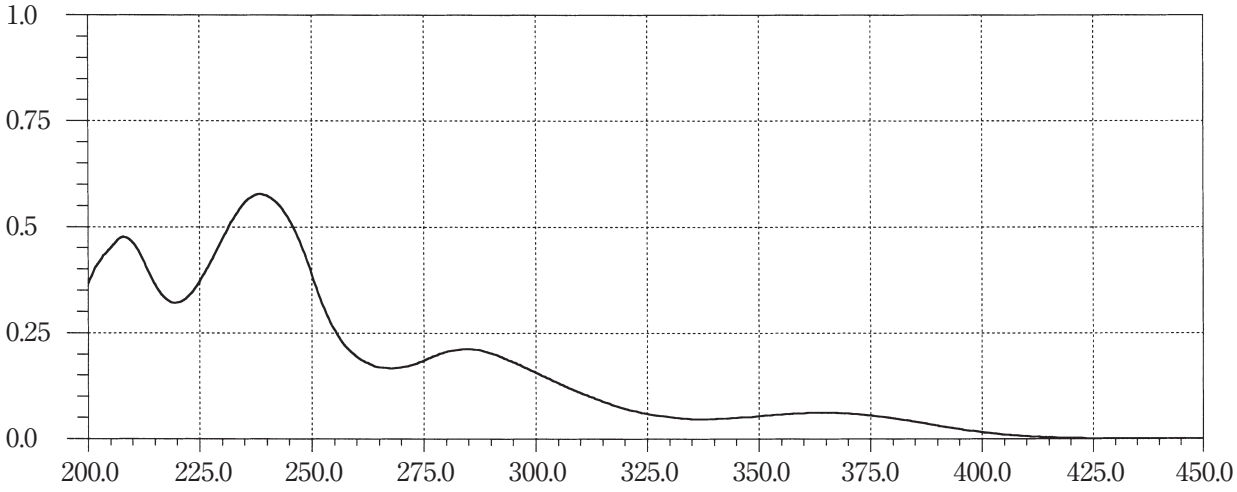
メタノール溶液(1→100000)

フルラゼパム 2



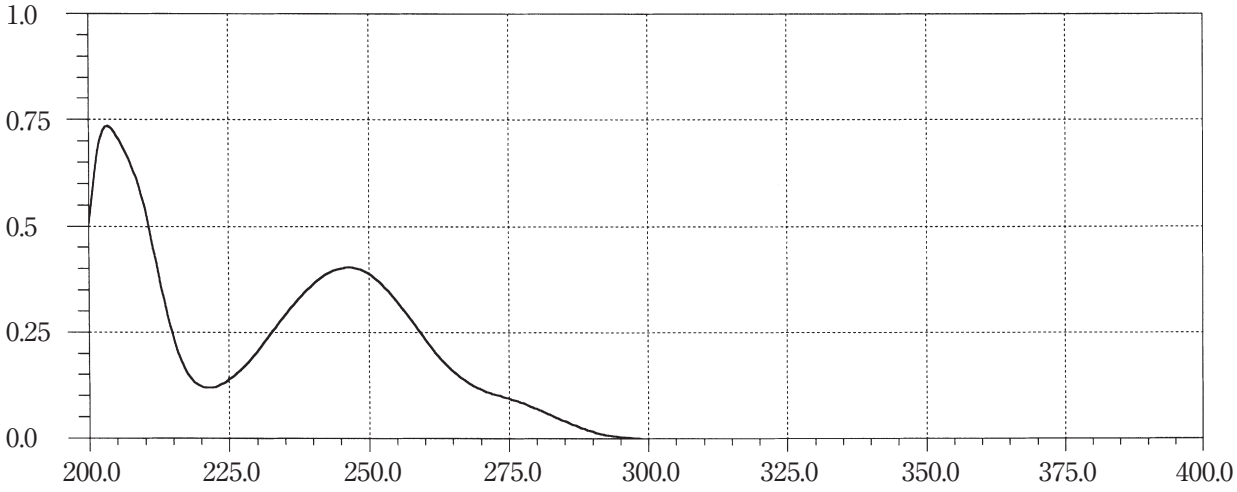
メタノール溶液(1→10000)

フルラゼパム塩酸塩



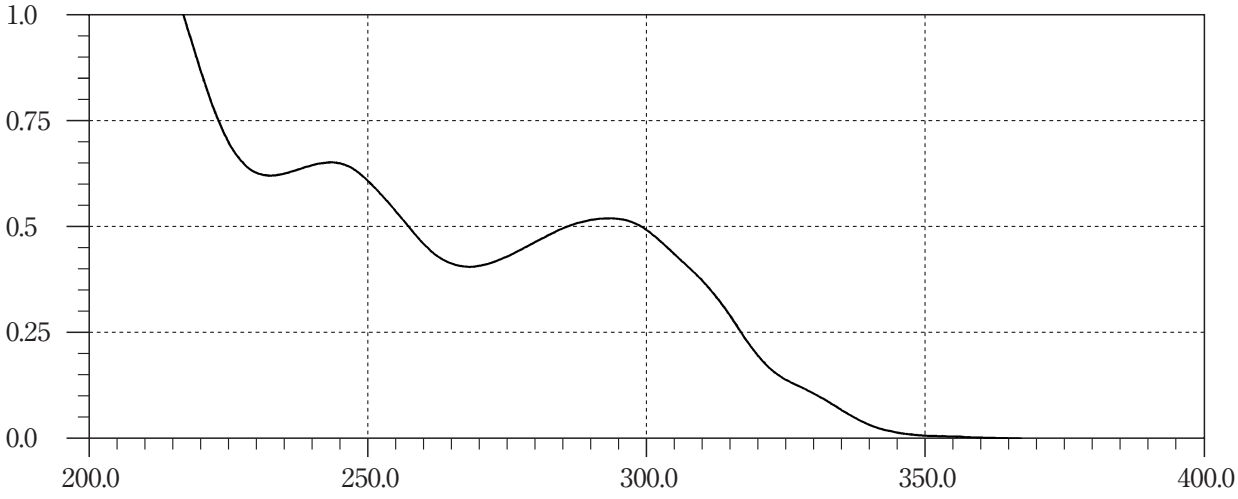
硫酸・エタノール試液溶液(1→100000)

フルルビプロフェン



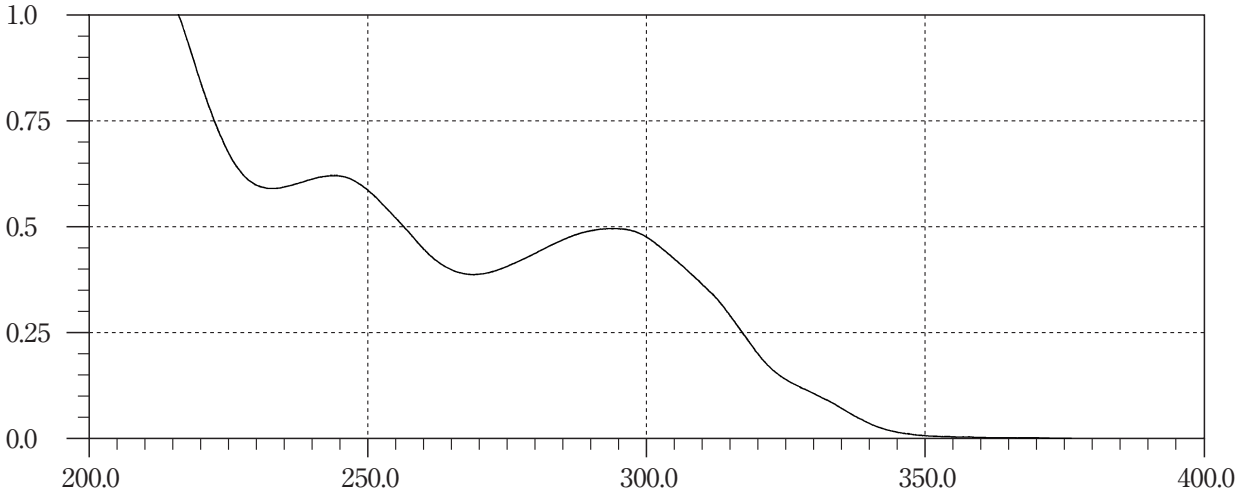
メタノール溶液(1→200000)

ブレオマイシン塩酸塩



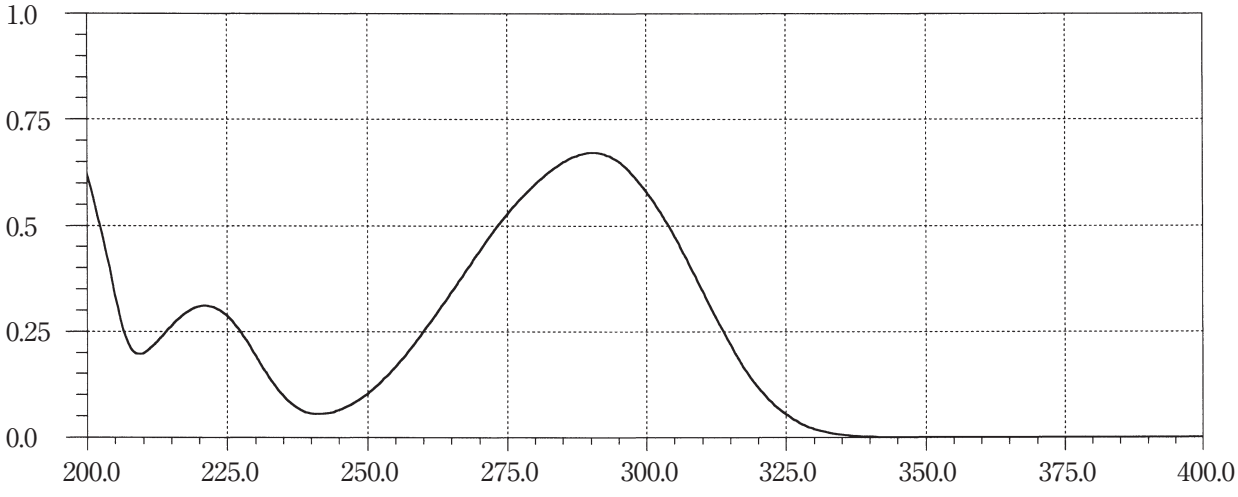
本品4mg＋硫酸銅（Ⅱ）試液5μL＋水を加えて100mL

ブレオマイシン硫酸塩



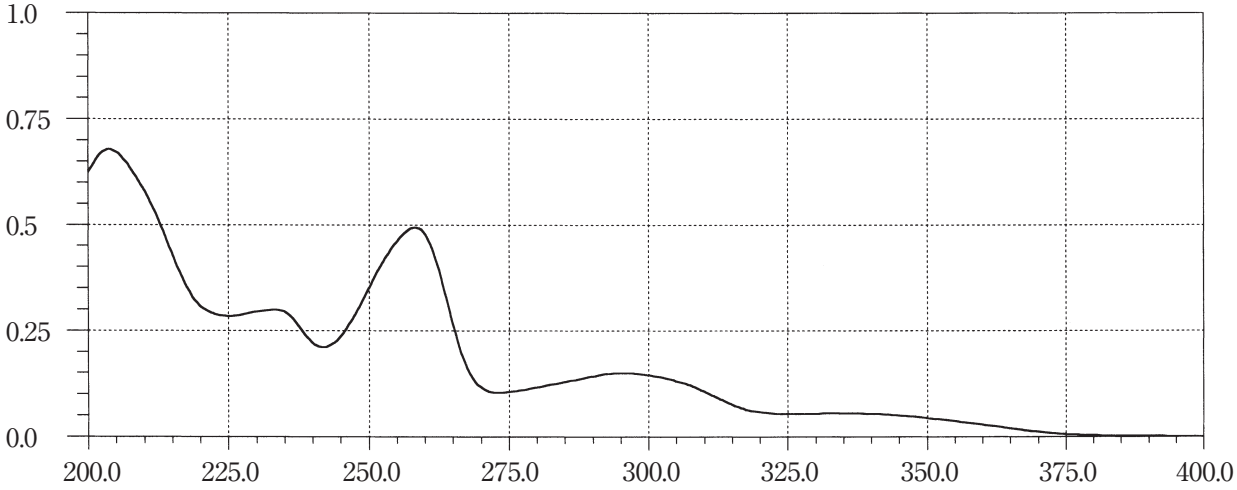
本品4mg＋硫酸銅（Ⅱ）試液5μL+水を加えて100mL

プロカイン塩酸塩



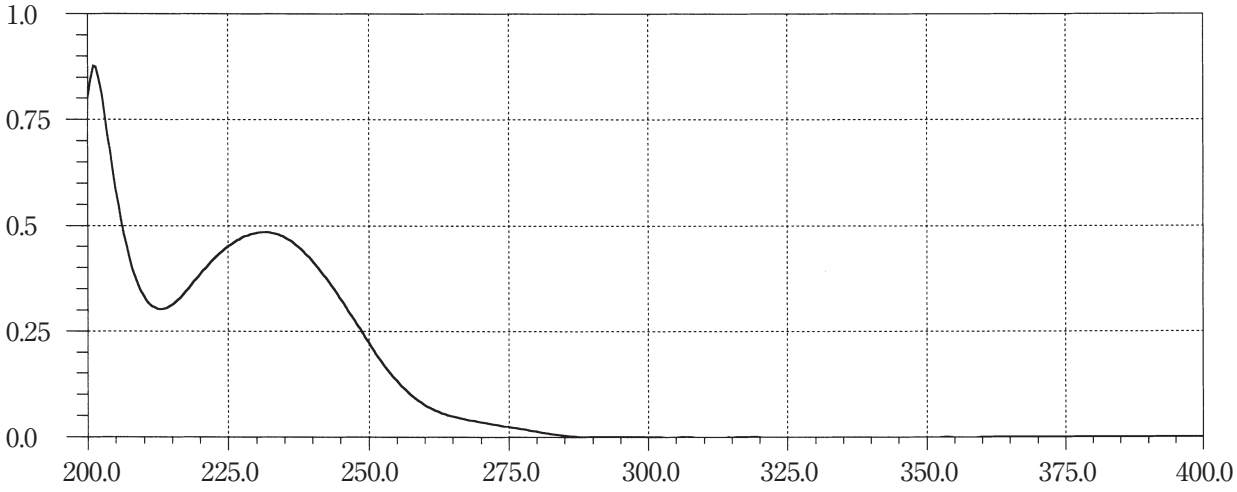
水溶液（1→100000）

プロカテロール塩酸塩水和物



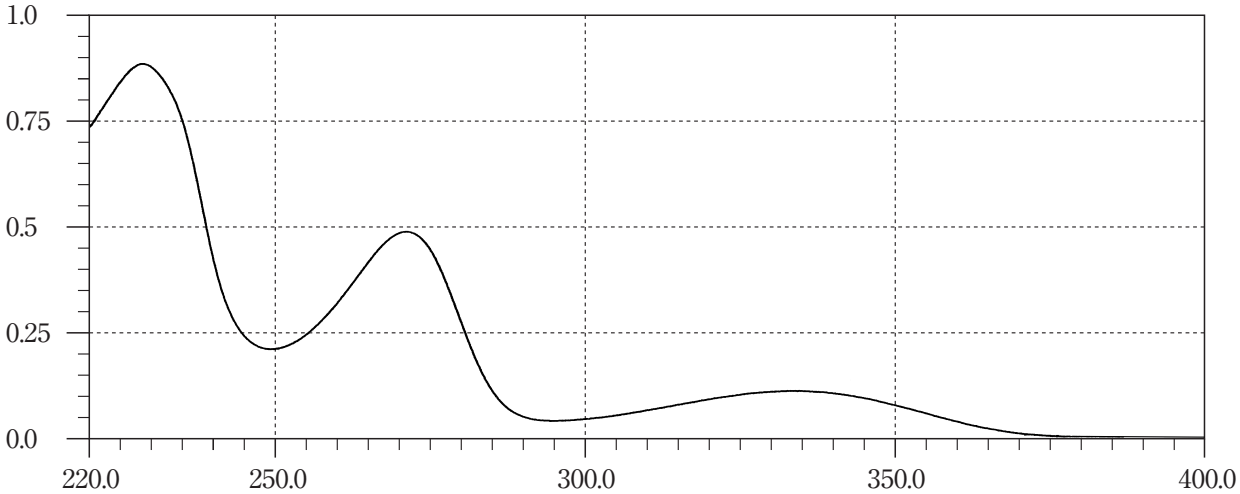
水溶液（7→1000000）

プロカルバジン塩酸塩



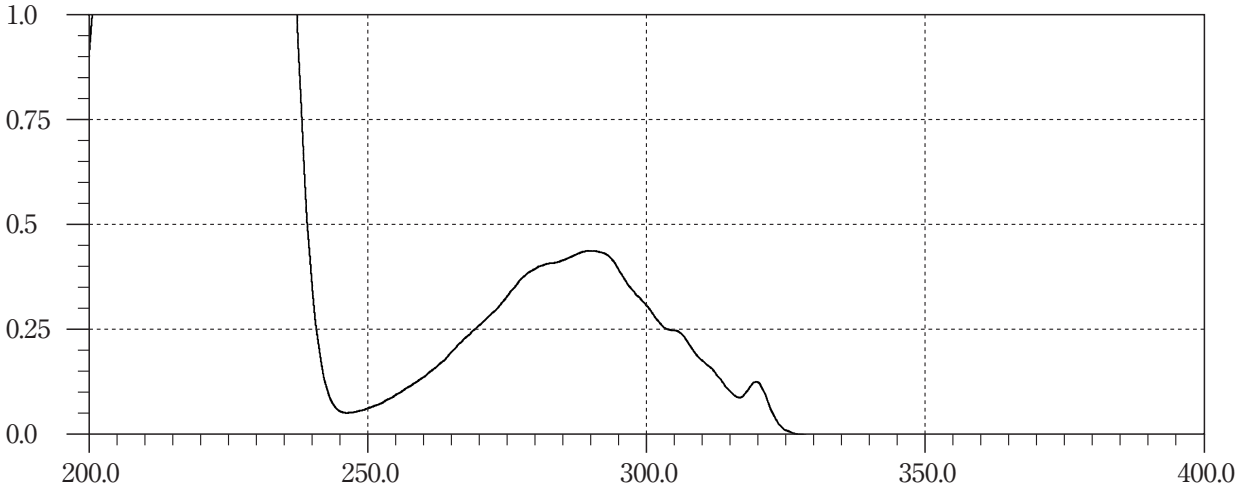
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

フロセミド



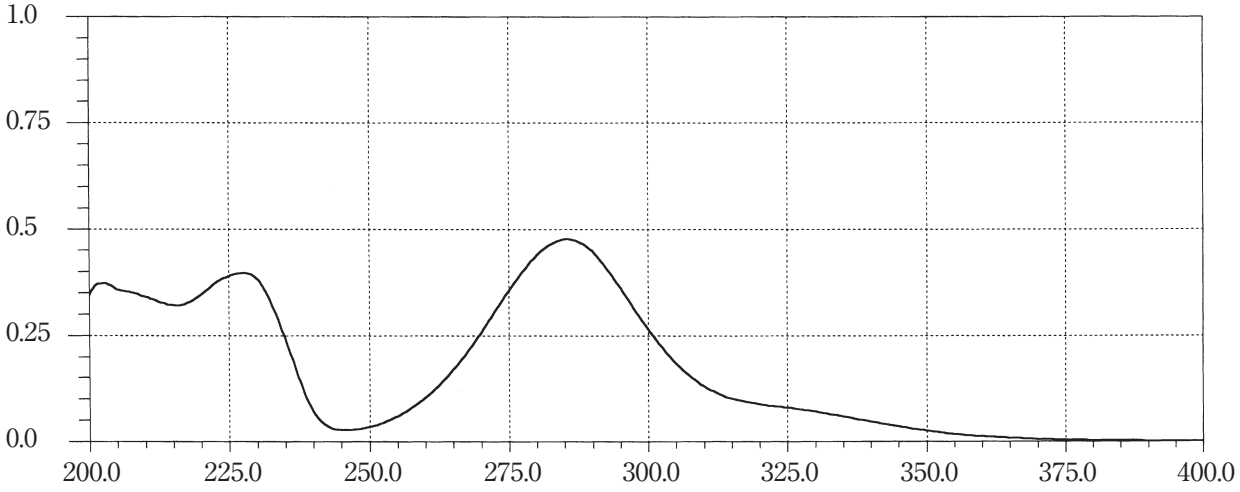
希水酸化ナトリウム試液溶液（1→125000）

プロプラノロール塩酸塩



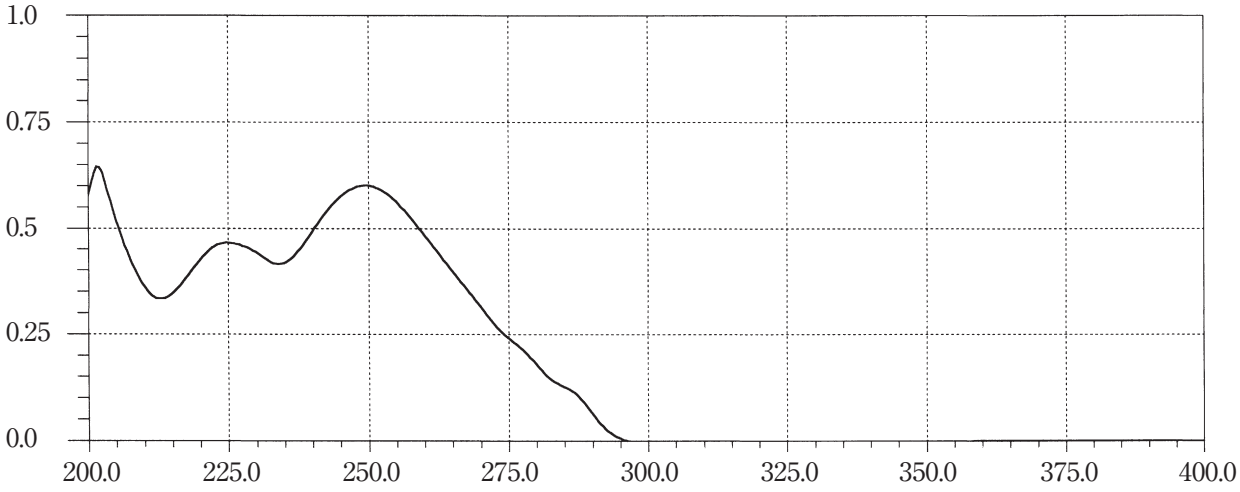
メタノール溶液（1→50000）

フロプロピオン



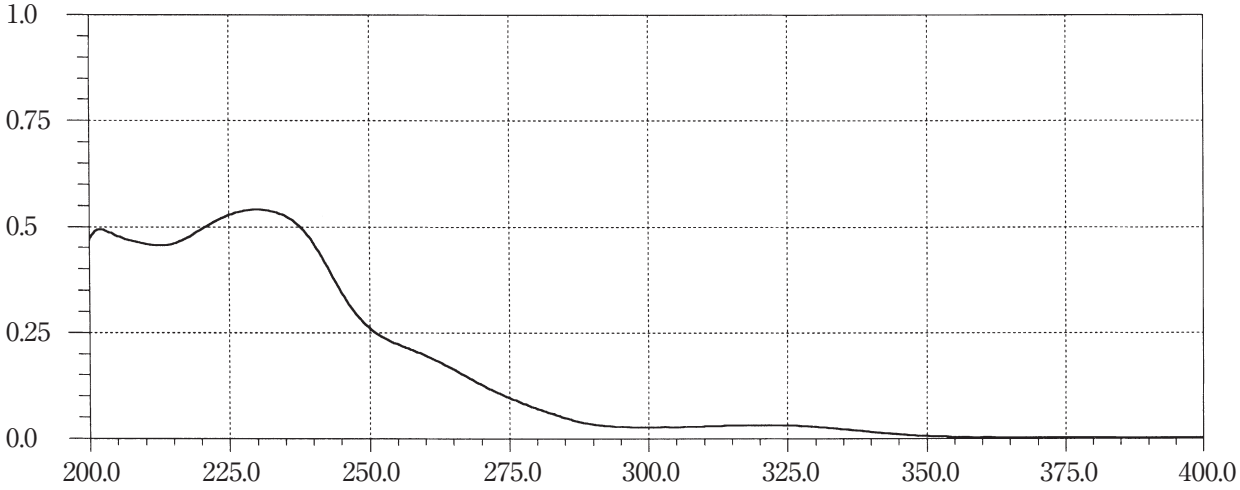
エタノール（99.5）溶液（1→200000）

プロベネシド



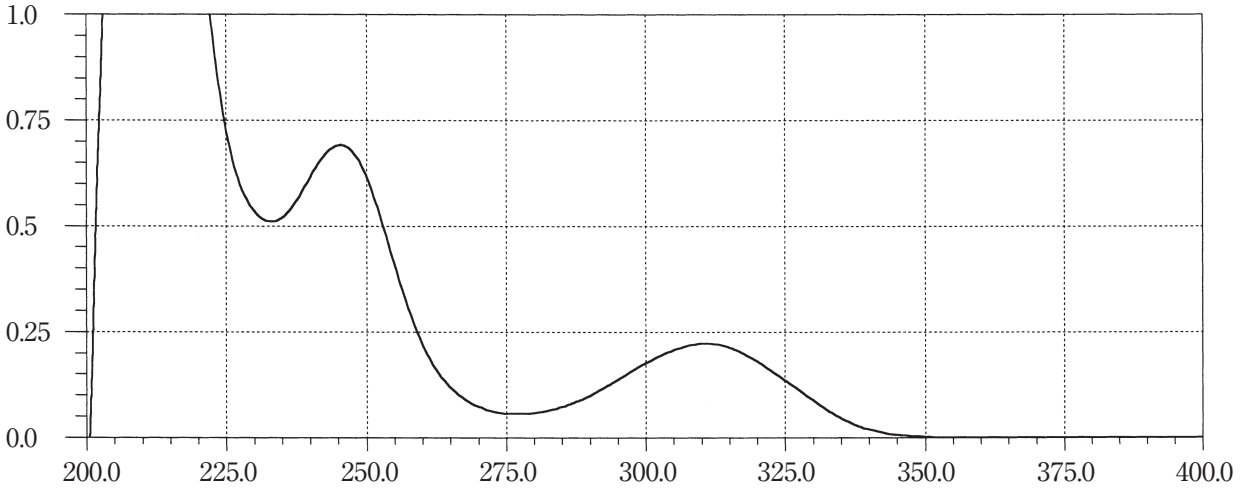
エタノール（95）溶液（1→50000）

ブロマゼパム



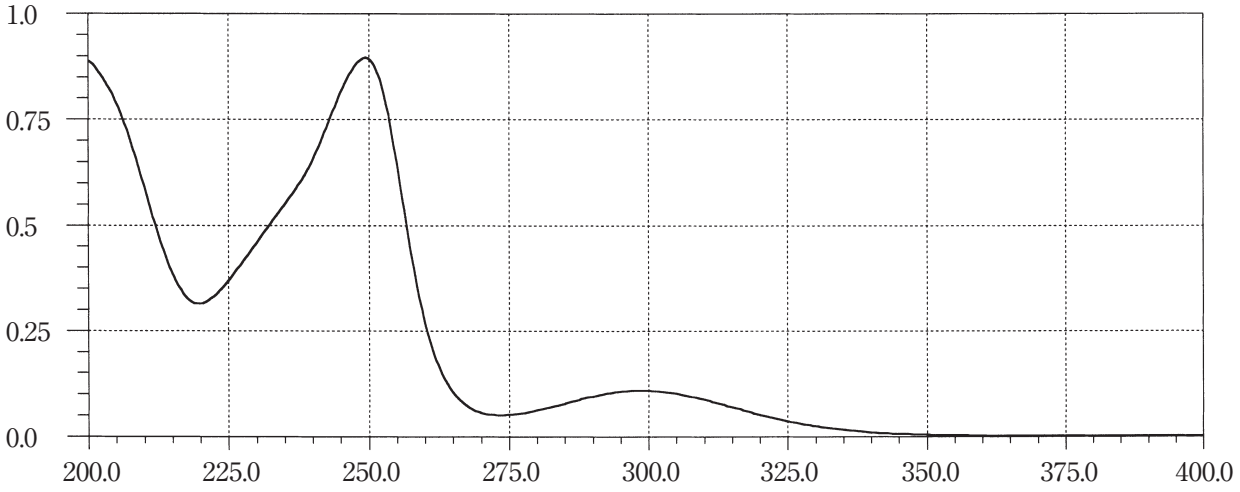
エタノール（99.5）溶液（1→200000）

ブロムヘキシン塩酸塩



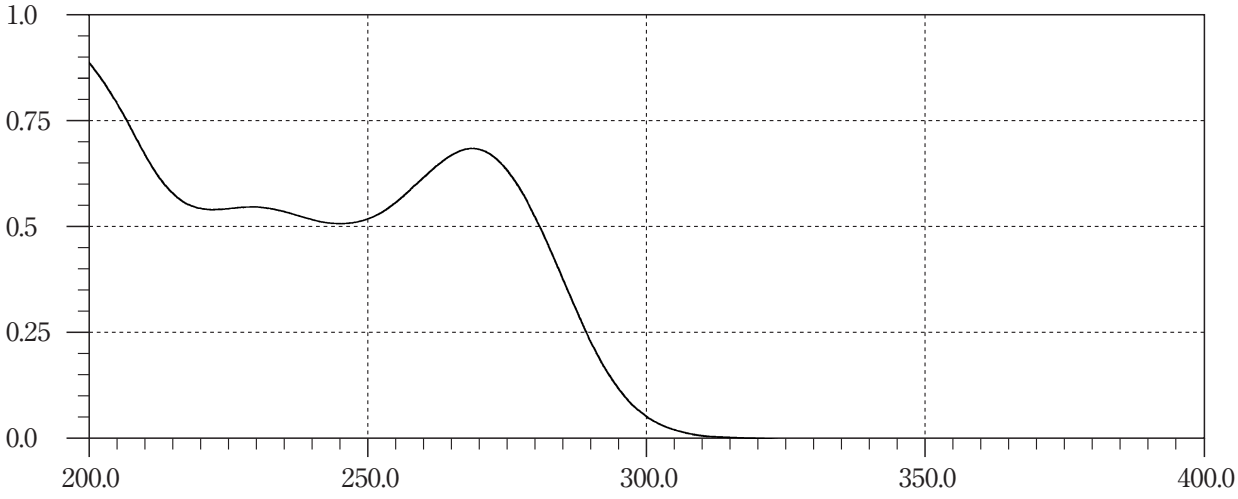
0.01mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

プロメタジン塩酸塩



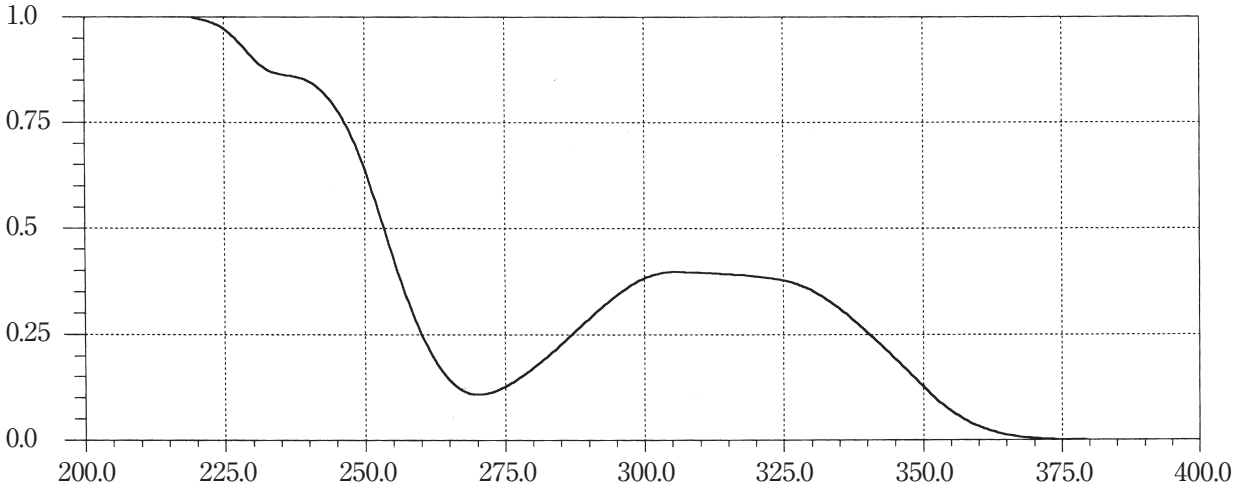
水溶液（1→100000）

フロモキセフナトリウム



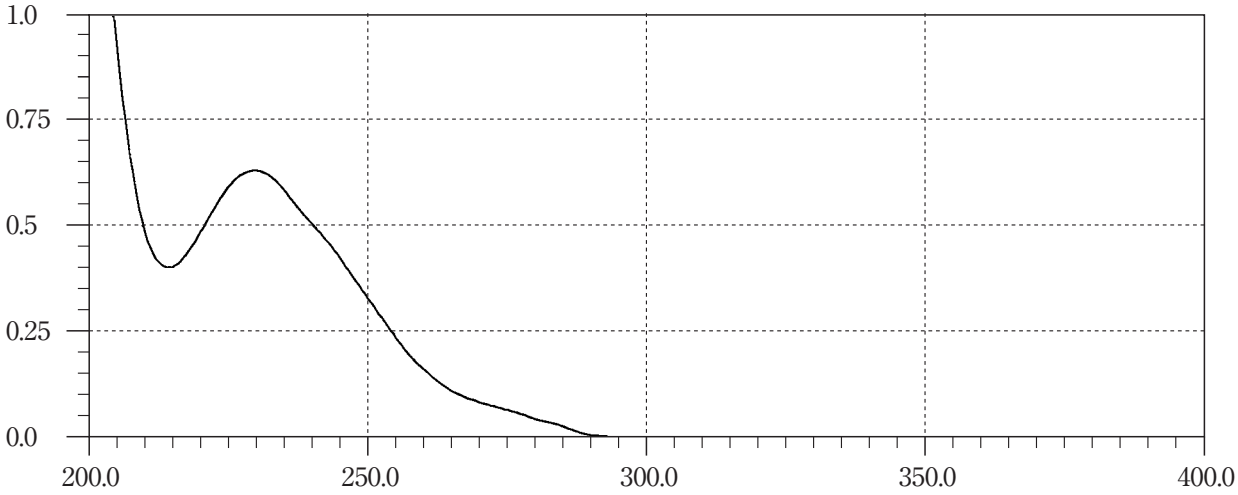
水溶液（3→100000）

ブロモクリプチンメシル酸塩



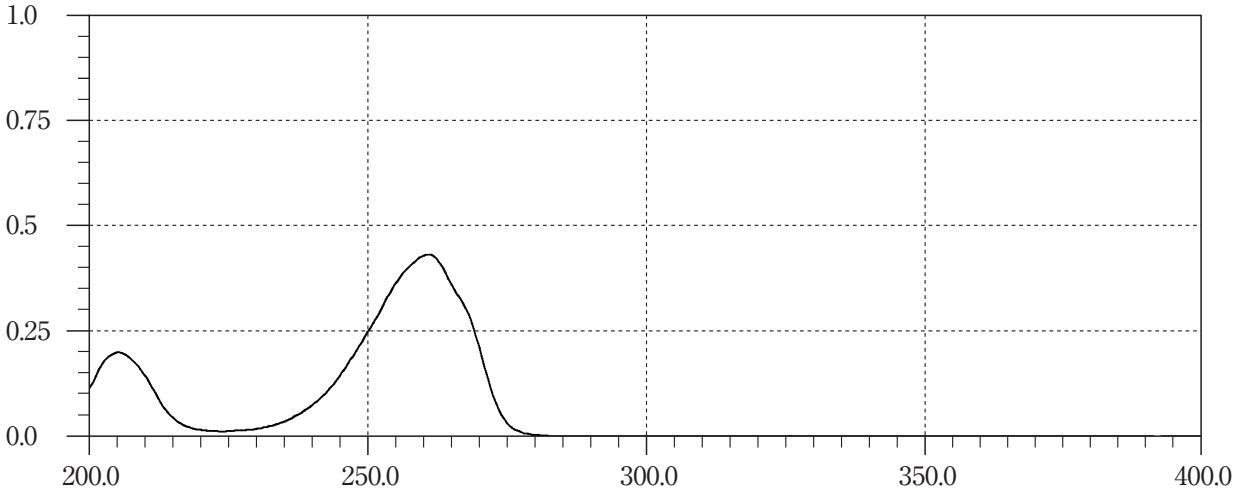
メタノール溶液（3→100000）

ベザフィブラート



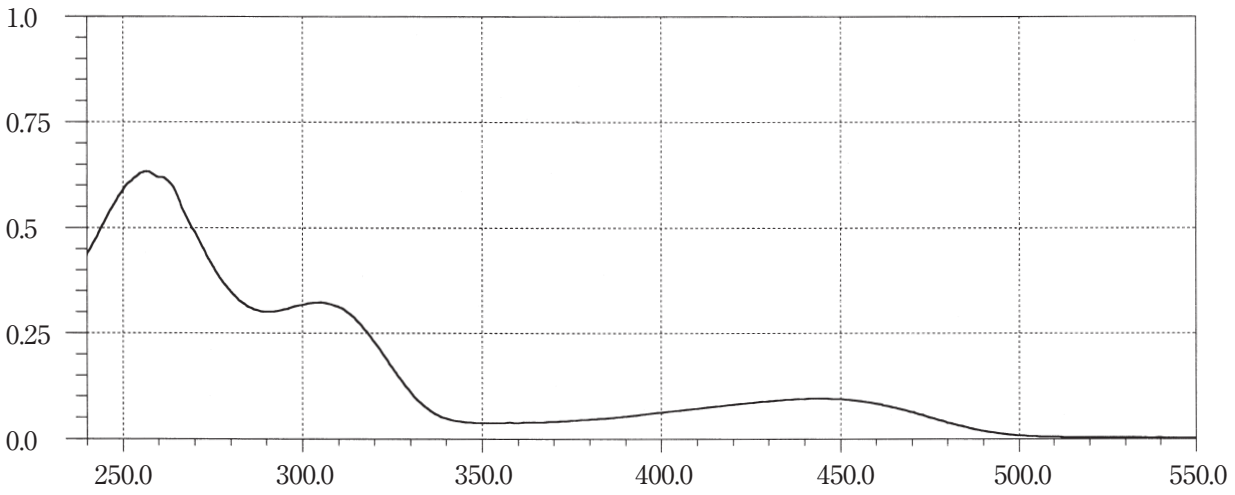
メタノール溶液（1→100000）

ベタヒスチンメシル酸塩



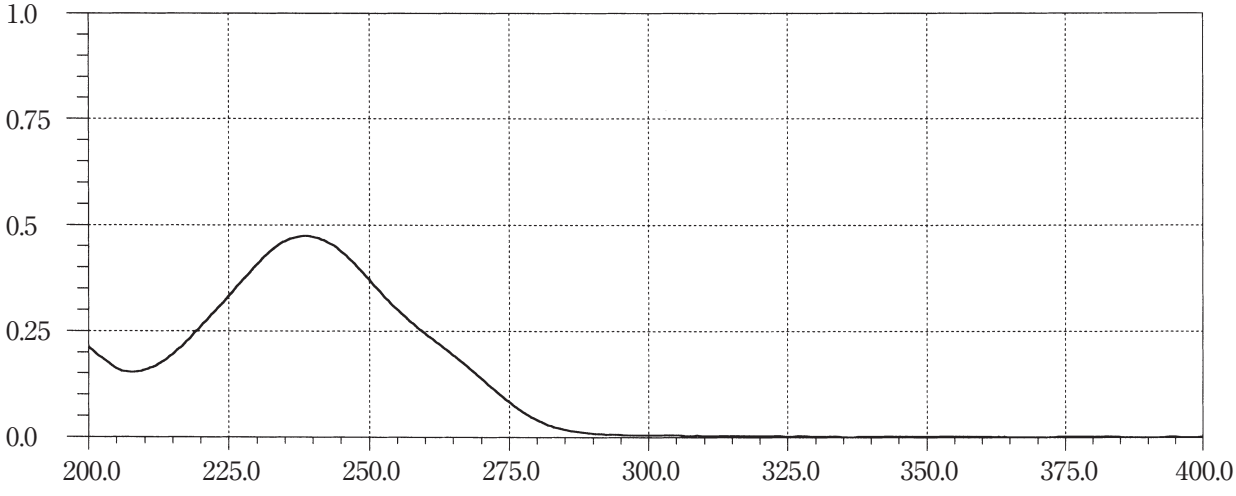
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

ベタメタゾン



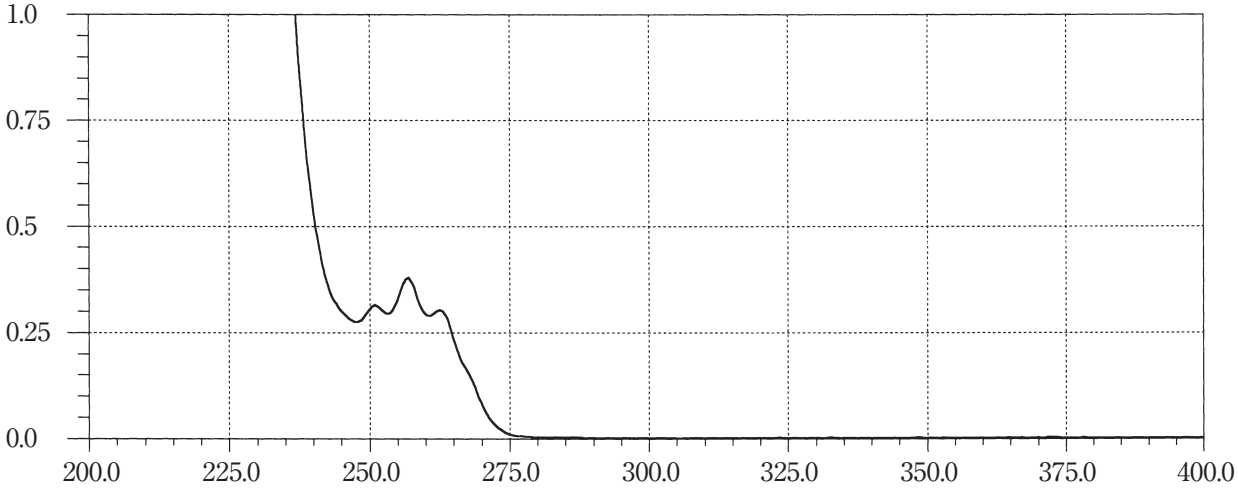
本品1.0mg＋エタノール（95）10mL，この液2mL＋塩酸フェニルヒドラジニウム試液10mLを振り混ぜ，60℃の水浴中で20分間加熱後放冷　対照：エタノール（95）2mLを用いて同様に操作して得た液

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル



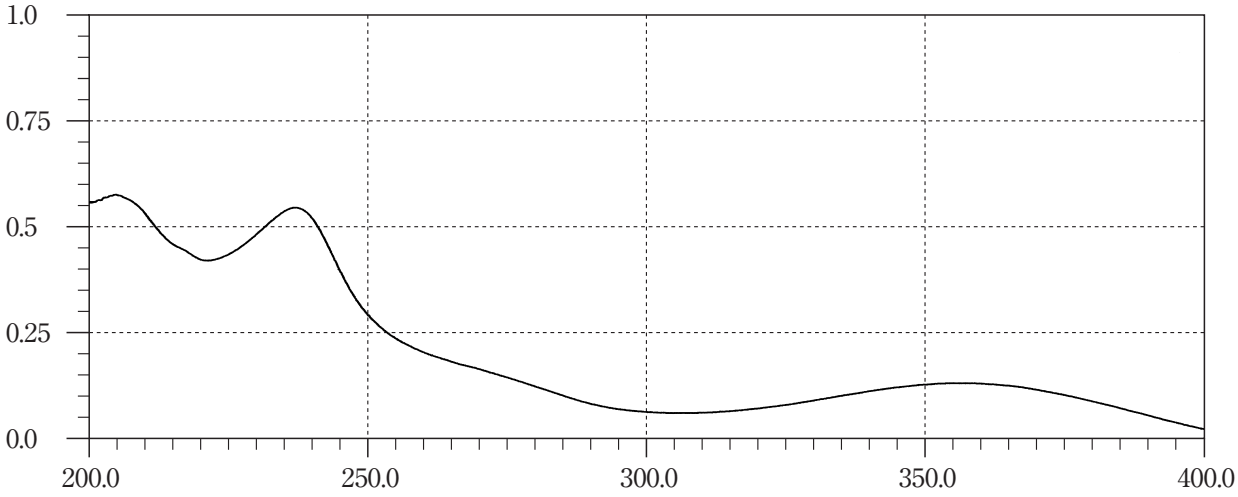
メタノール溶液（3→200000）

ペチジン塩酸塩



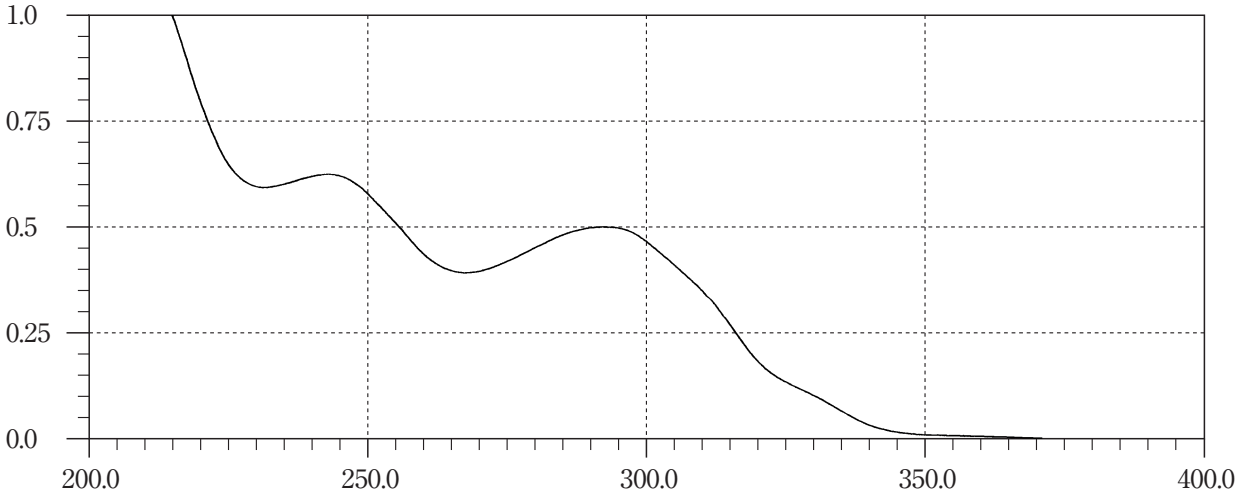
水溶液（1→2000）

ベニジピン塩酸塩



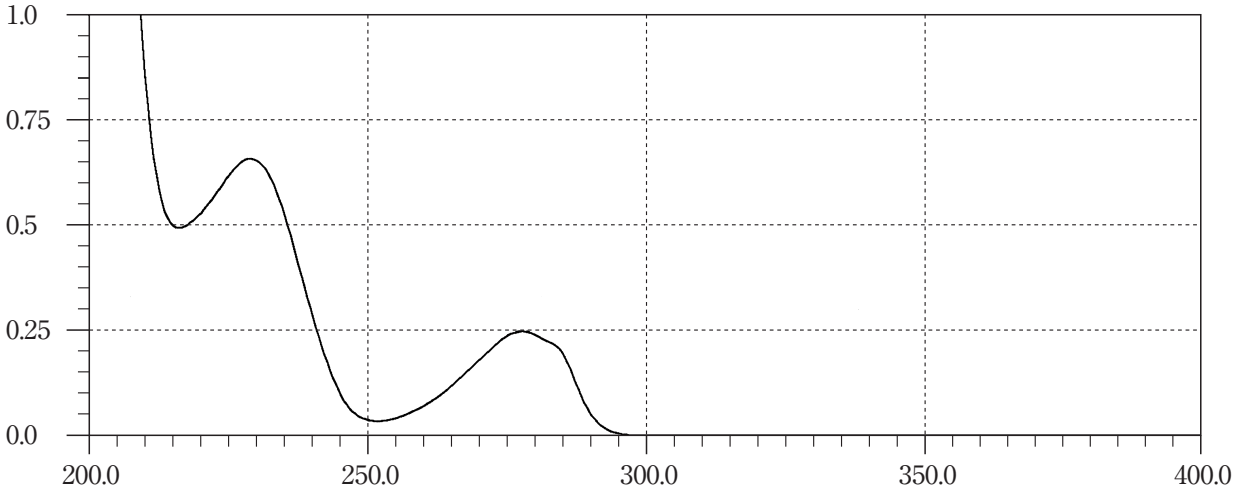
メタノール溶液（1→100000）

ペプロマイシン硫酸塩



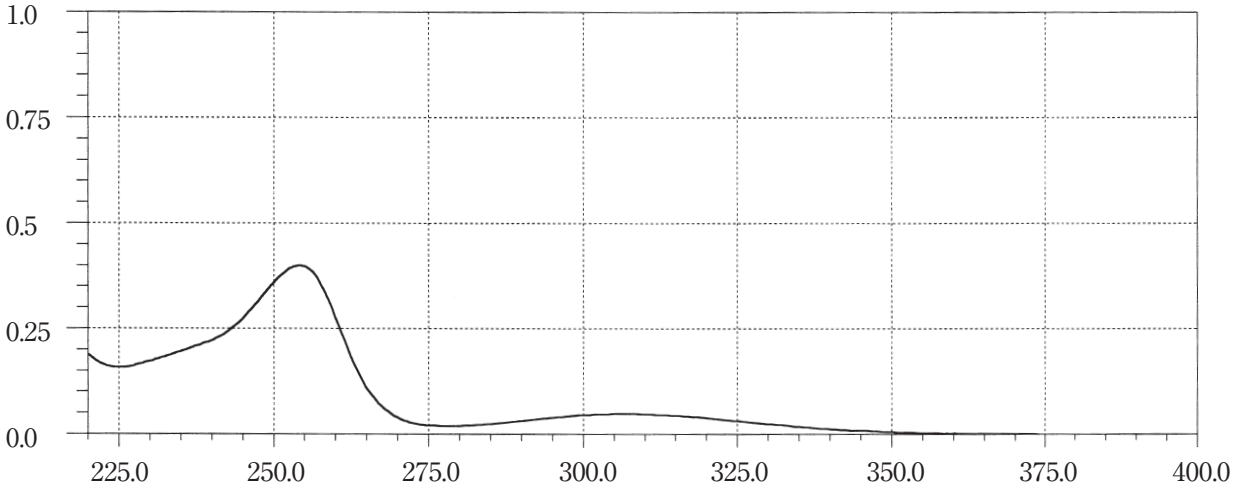
本品4mg＋硫酸銅（Ⅱ）試液5μL+水を加えて100mL

ベラパミル塩酸塩



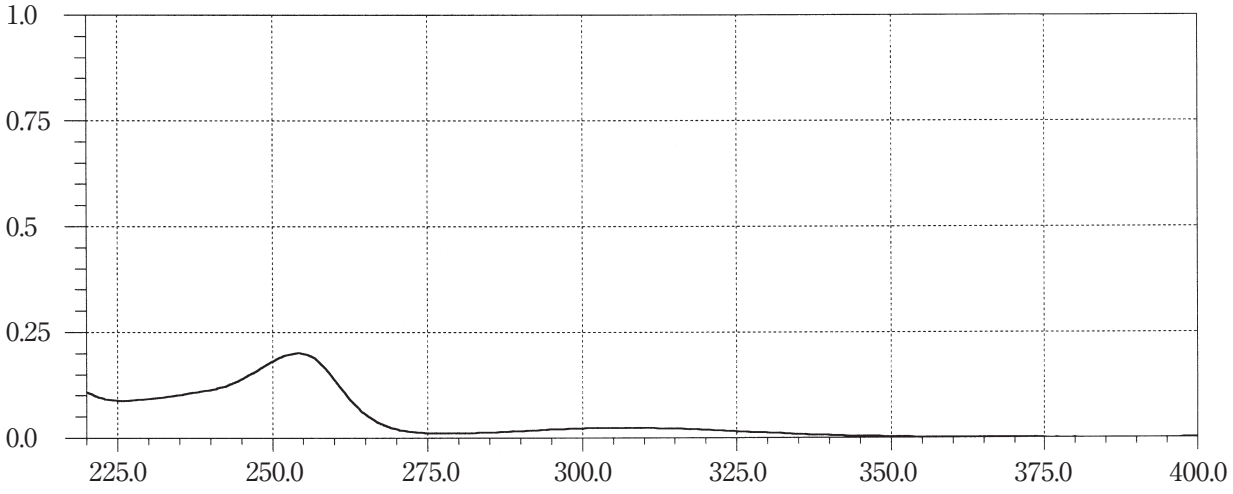
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→50000）

ペルフェナジン 1



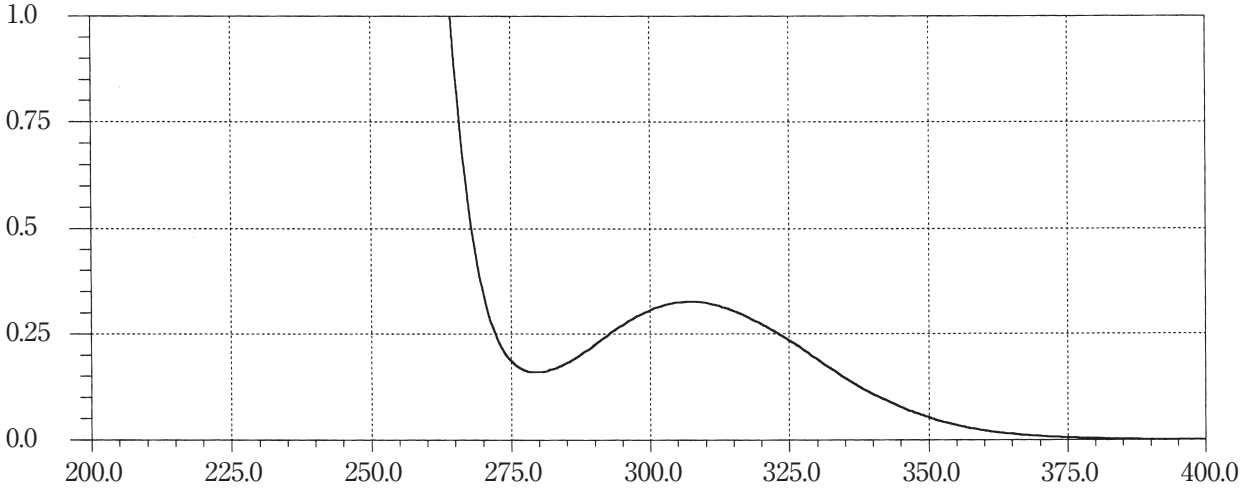
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→200000）

ペルフェナジン 2



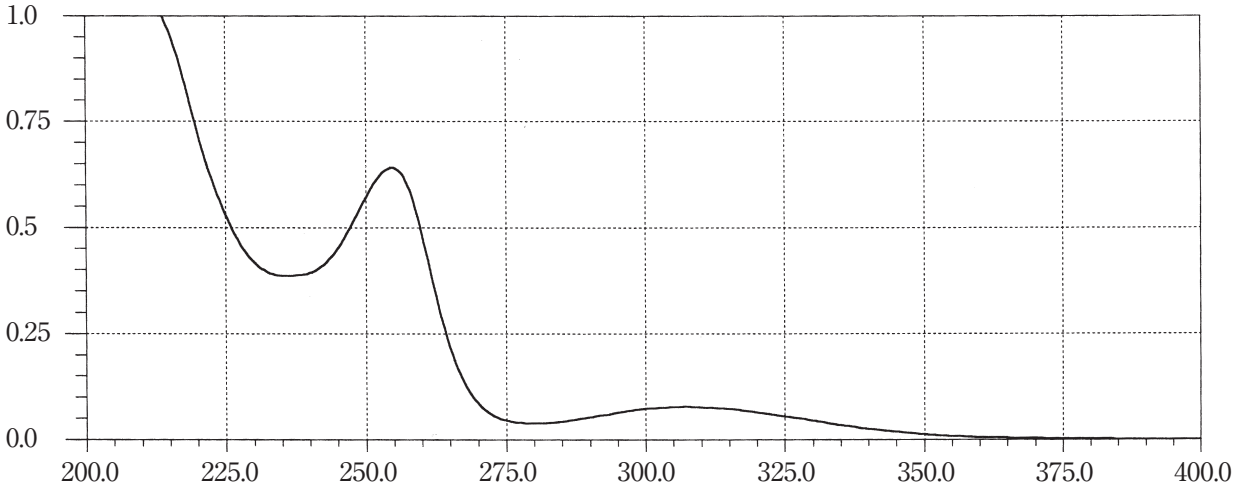
1の液10mL＋水10mL

ペルフェナジンマレイン酸塩 1



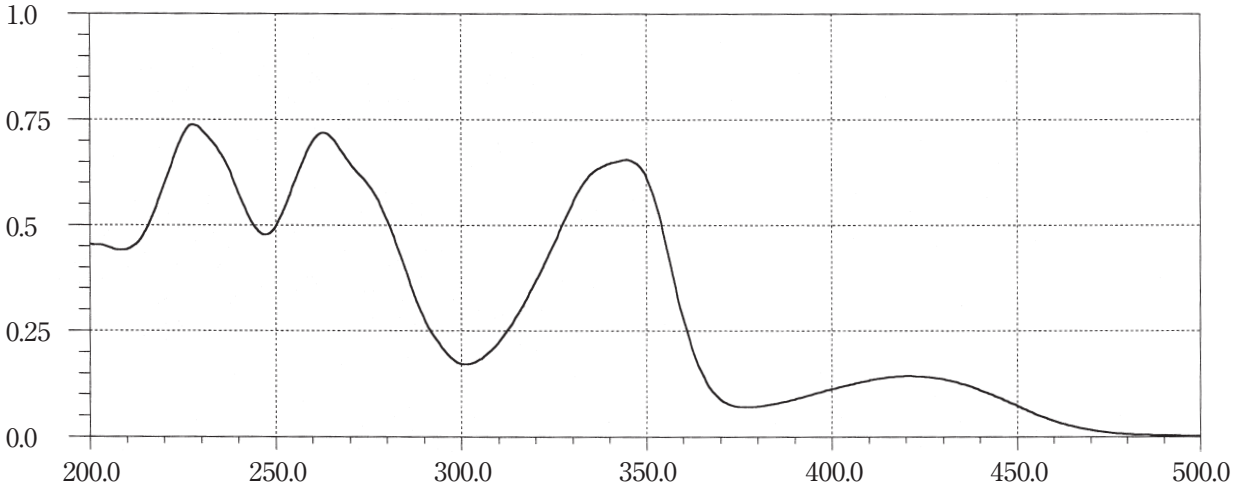
水溶液（1→20000）

ペルフェナジンマレイン酸塩 2



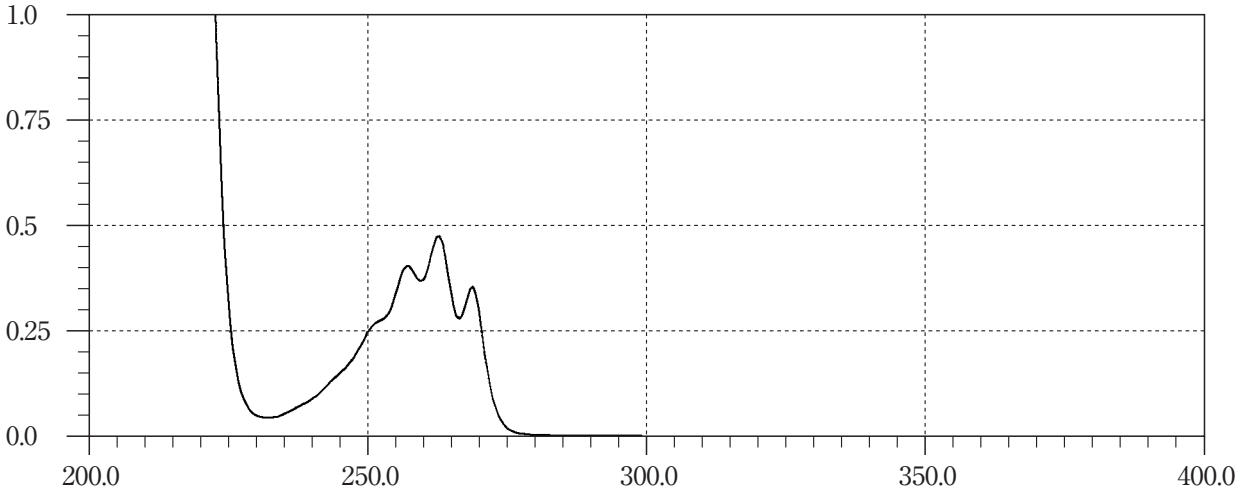
1の液10mL＋水30mL

ベルベリン塩化物水和物



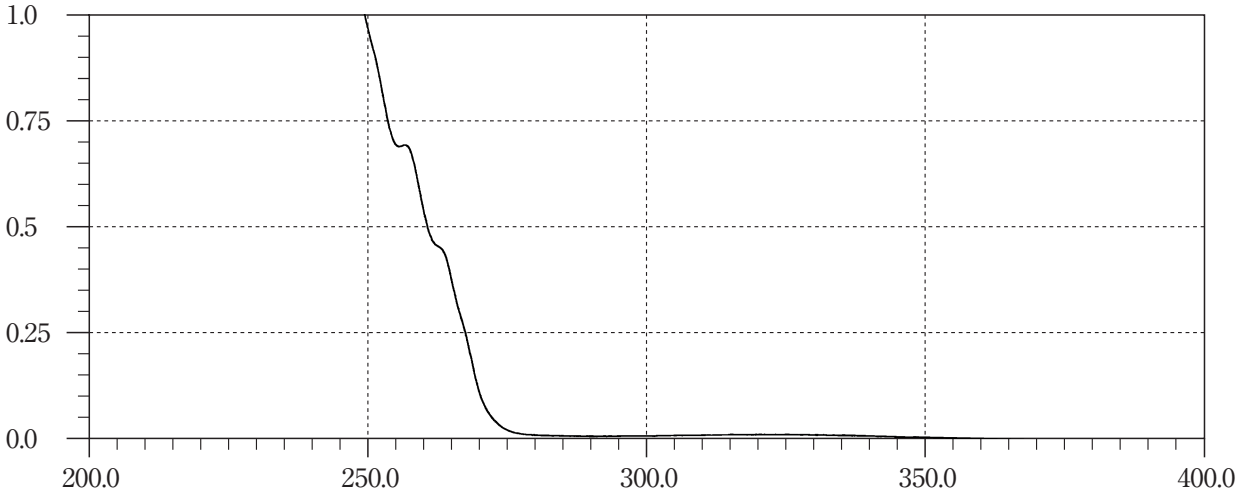
水溶液（1→100000）

ベンザルコニウム塩化物



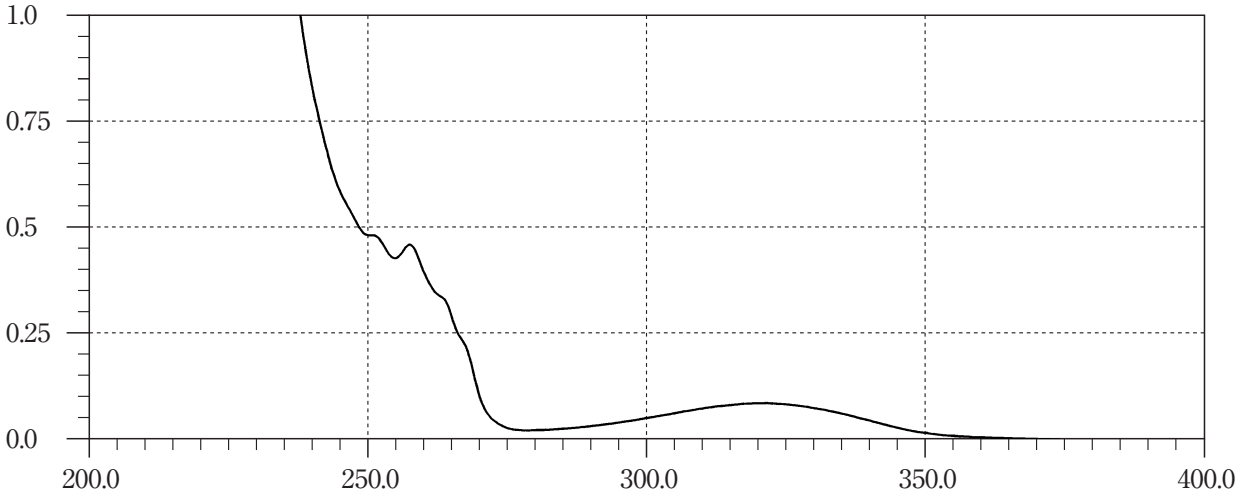
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→2000）

ベンジルペニシリンカリウム



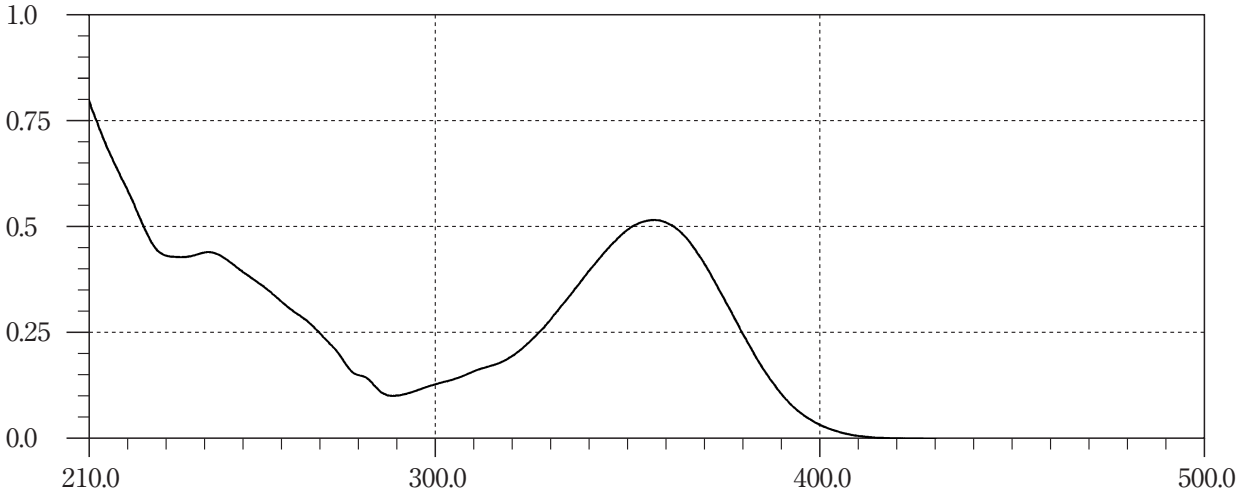
水溶液（1→1000）

ベンジルペニシリンベンザチン水和物



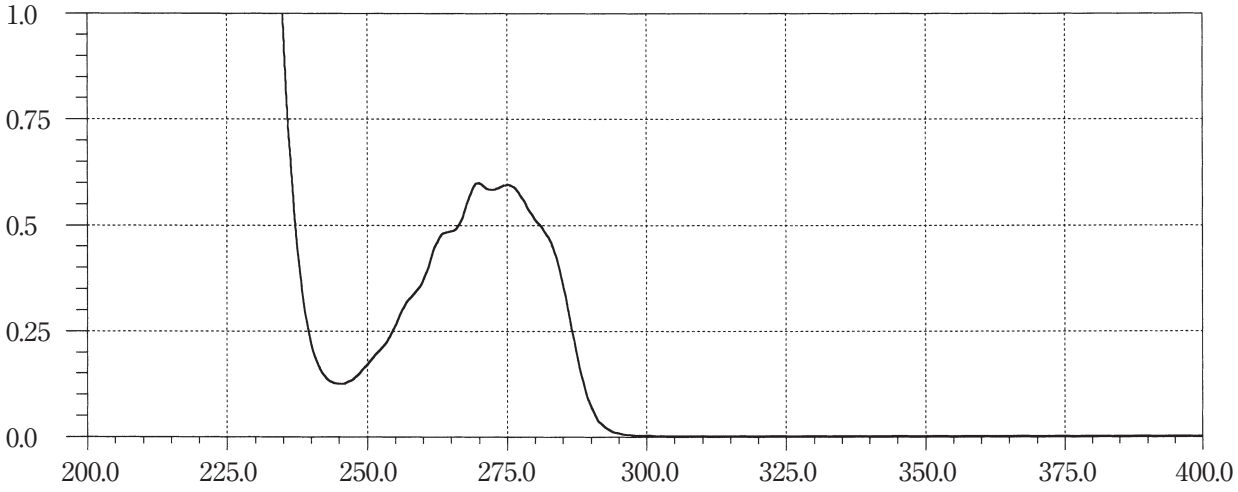
メタノール溶液（1→2000）

ベンズブロマロン



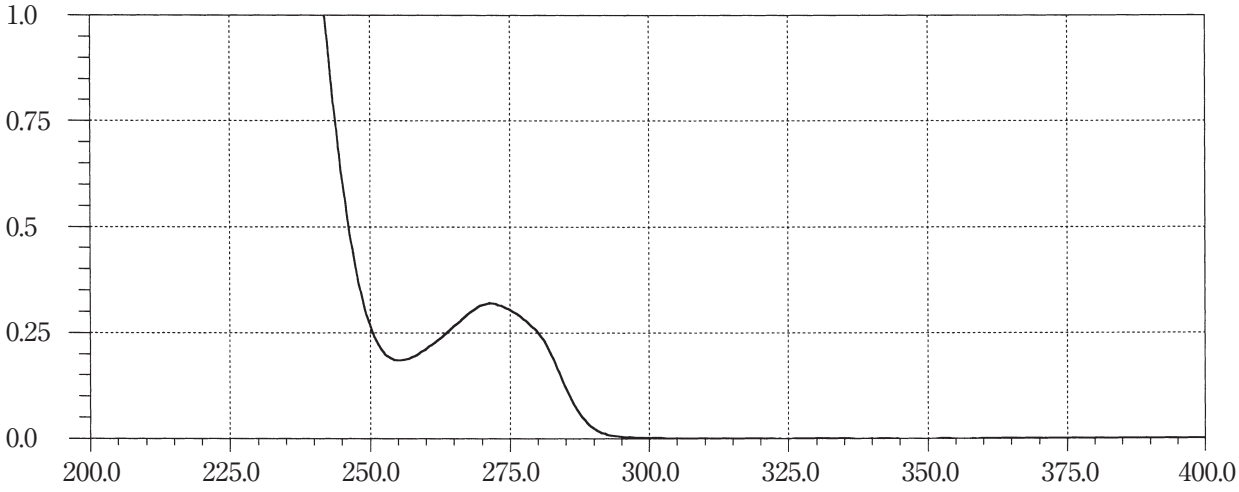
0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液（1→100000）

ベンゼトニウム塩化物



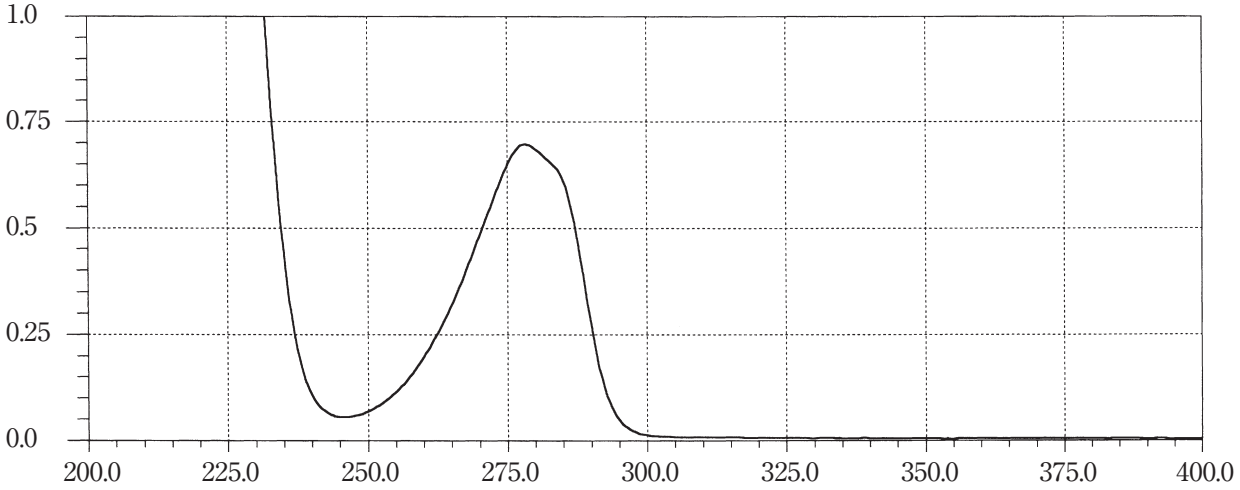
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→5000）

ベンセラジド塩酸塩



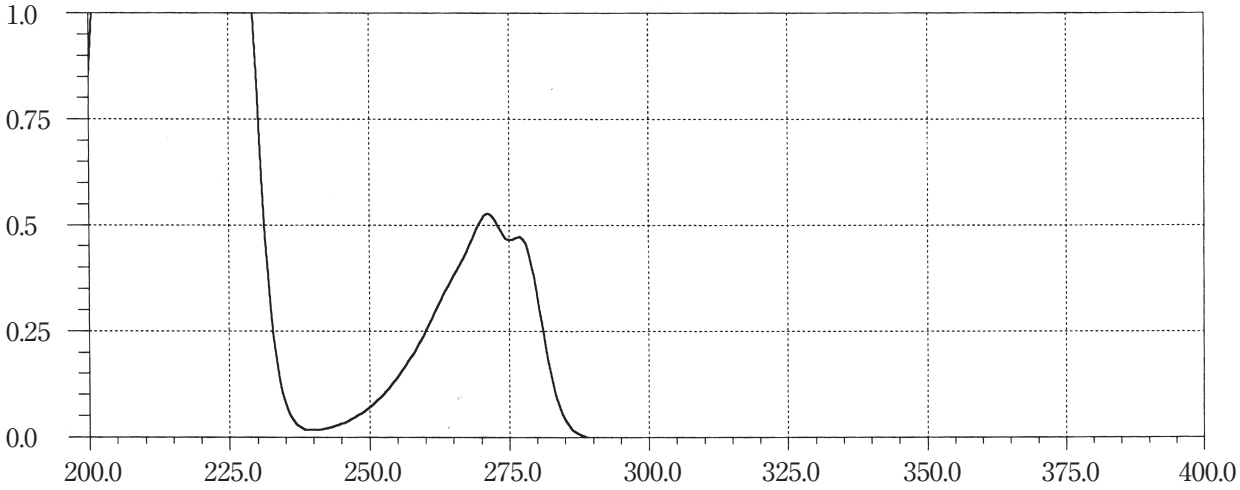
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

ペンタゾシン



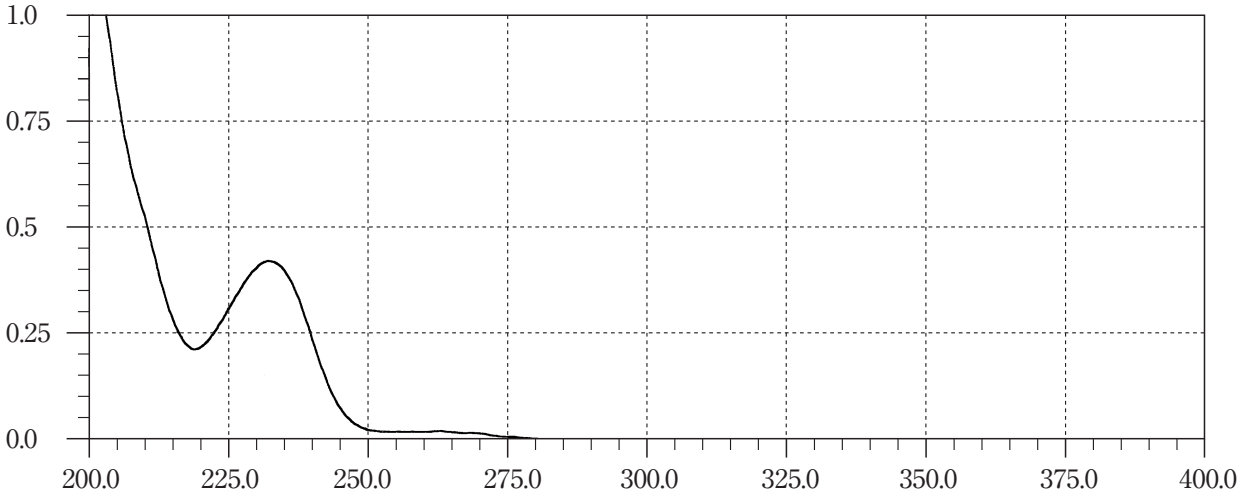
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

ペンブトロール硫酸塩



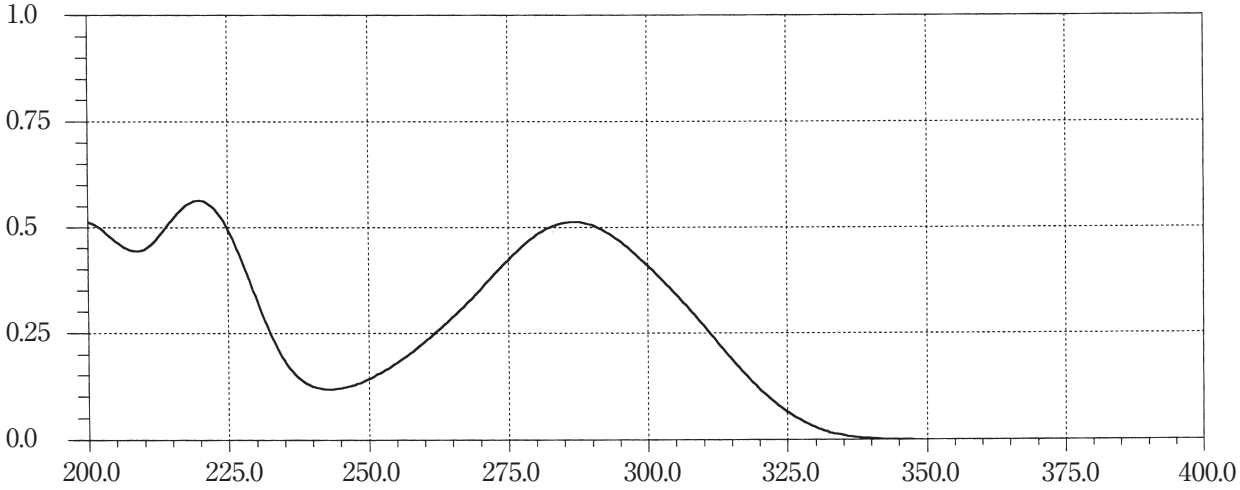
メタノール溶液（1→10000）

ホモクロルシクリジン塩酸塩



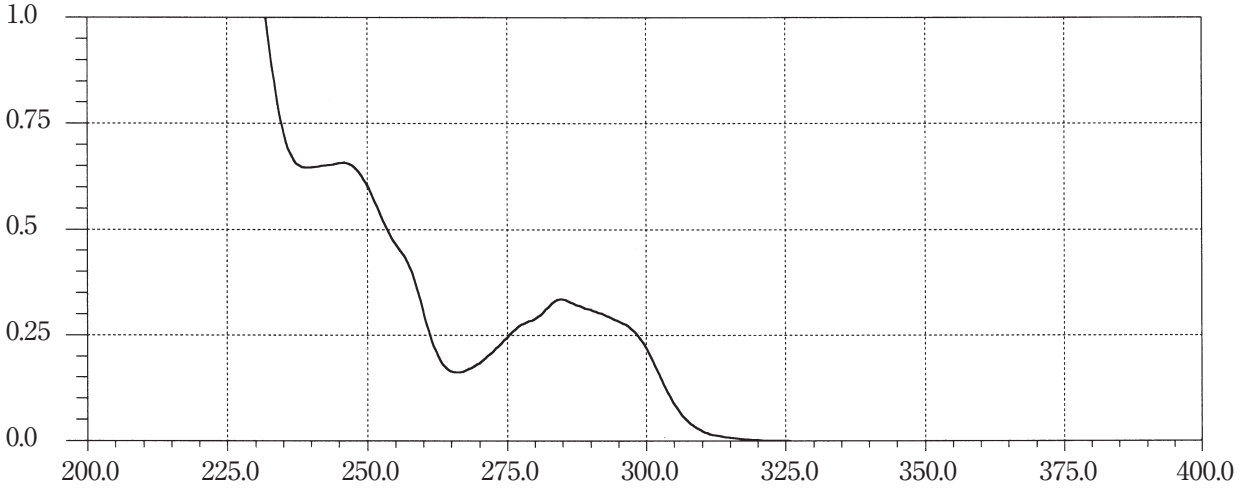
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

ホリナートカルシウム



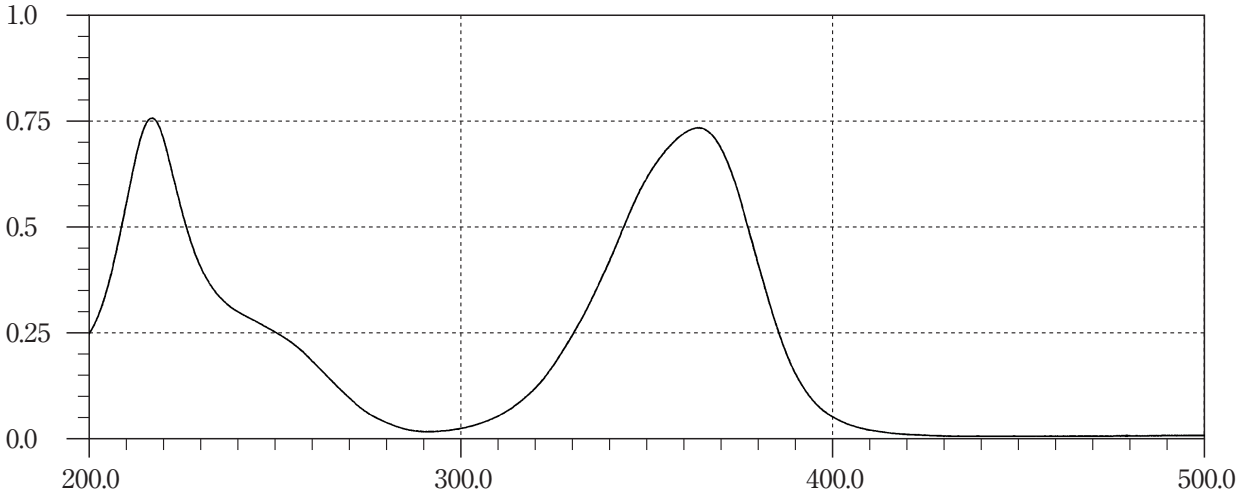
水溶液（1→100000）

ホルモテロールフマル酸塩水和物



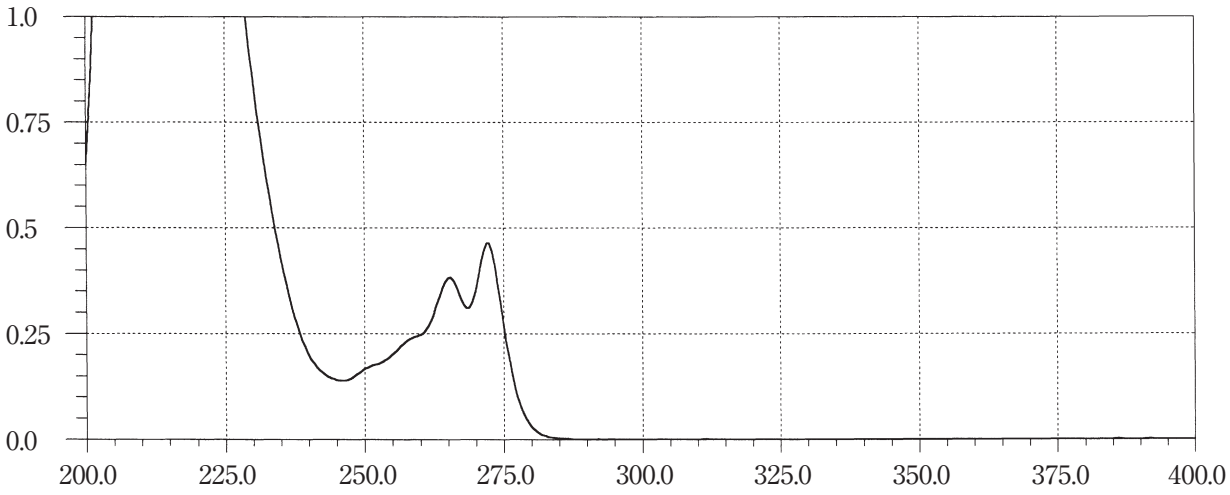
メタノール溶液（1→40000）

マイトマイシンC



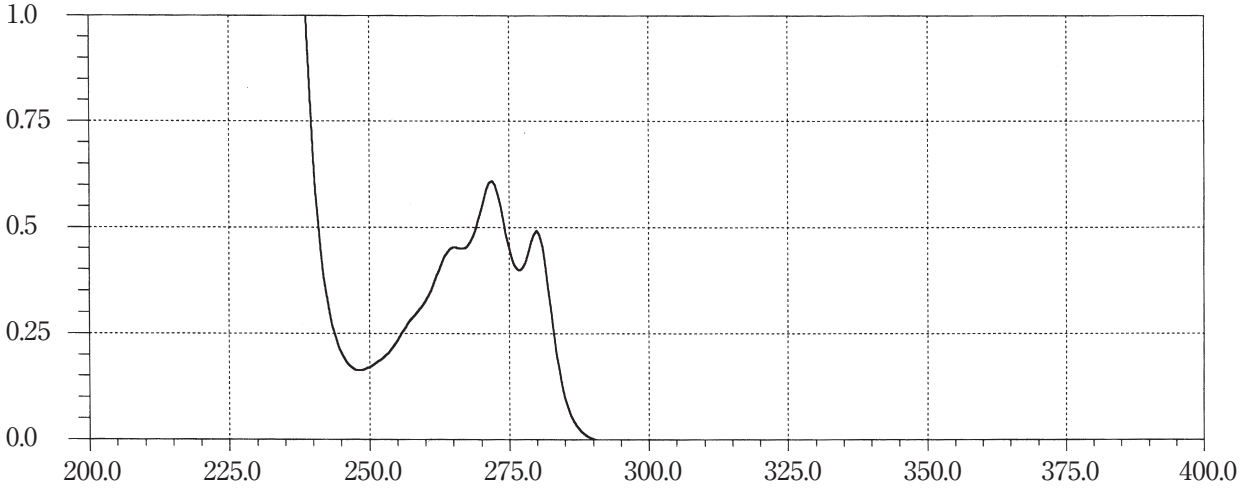
水溶液（1→100000）

マプロチリン塩酸塩



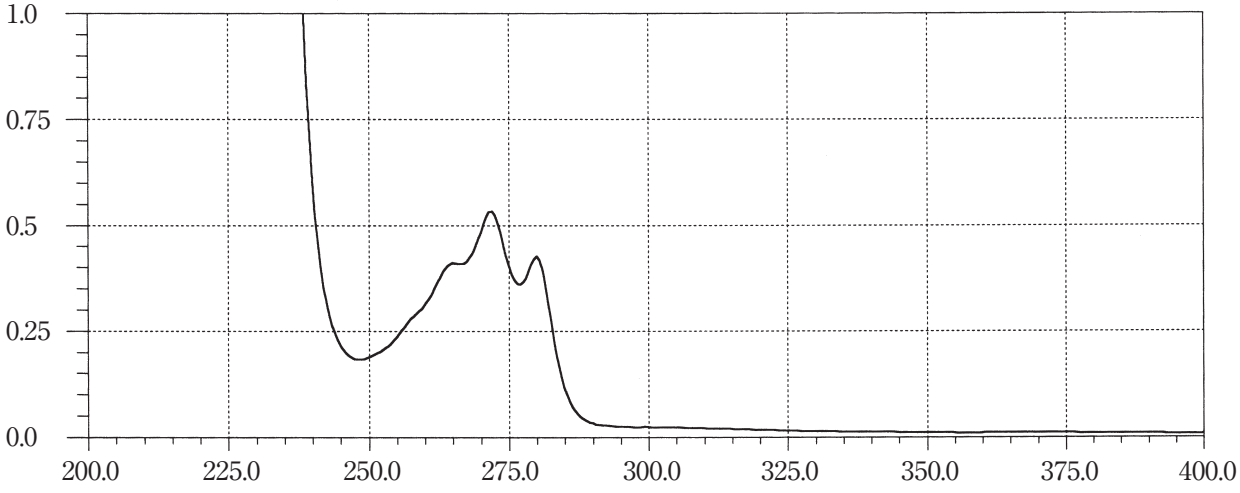
メタノール溶液（1→10000）

ミコナゾール



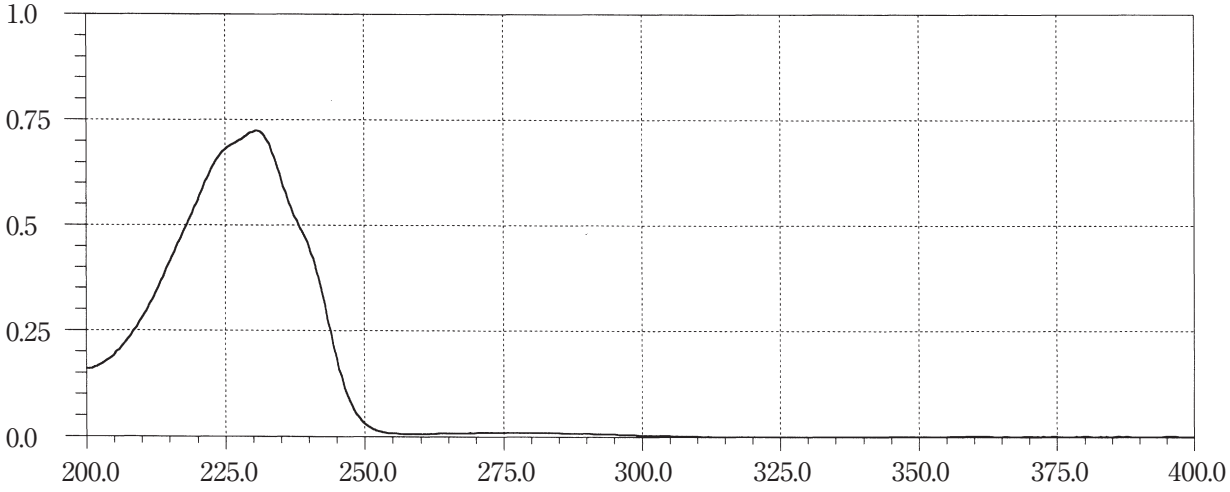
メタノール溶液（1→2500）

ミコナゾール硝酸塩



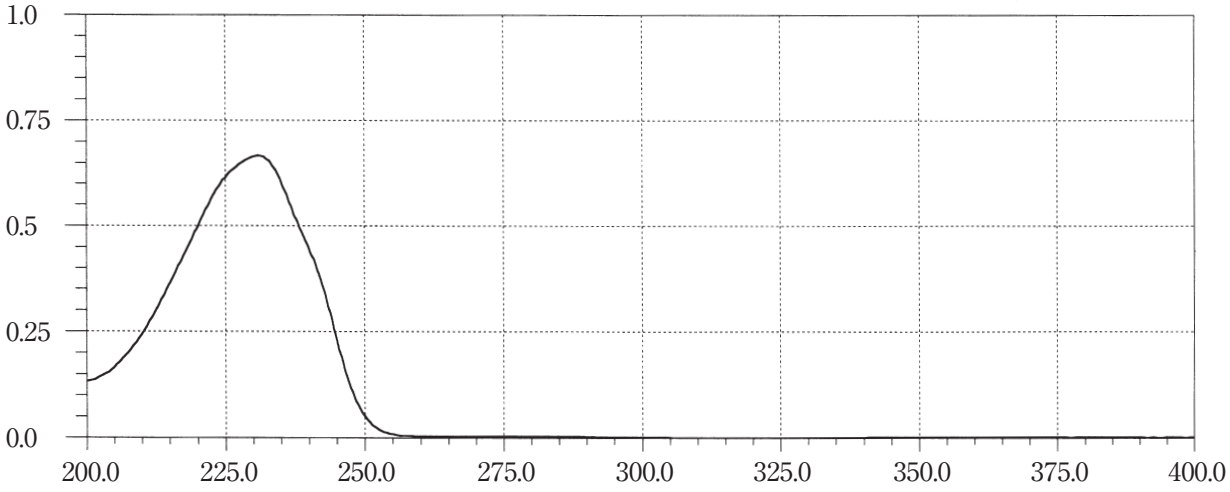
メタノール溶液（1→2500）

ミデカマイシン



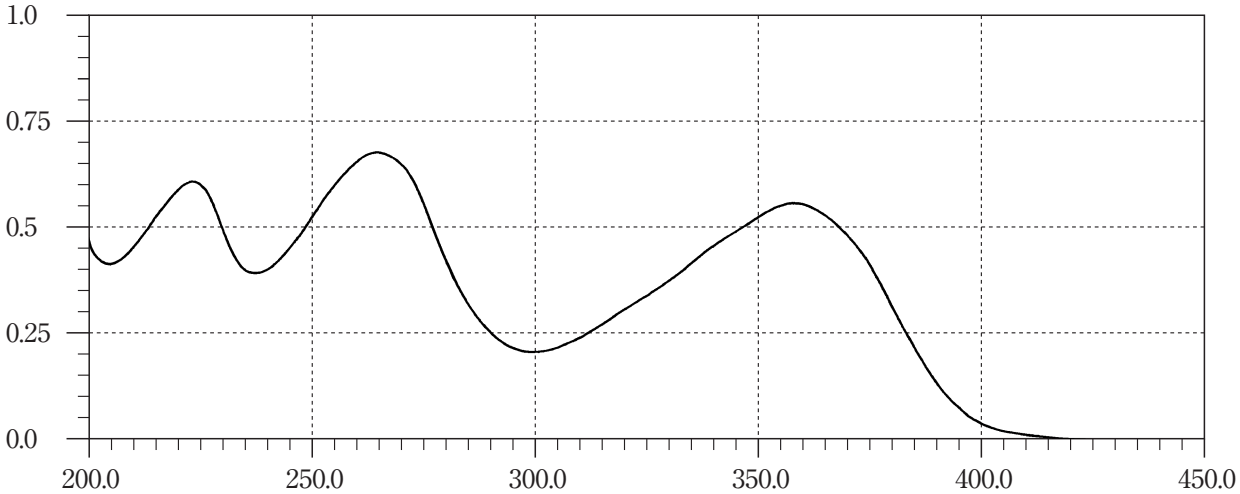
メタノール溶液(1→50000)

ミデカマイシン酢酸エステル



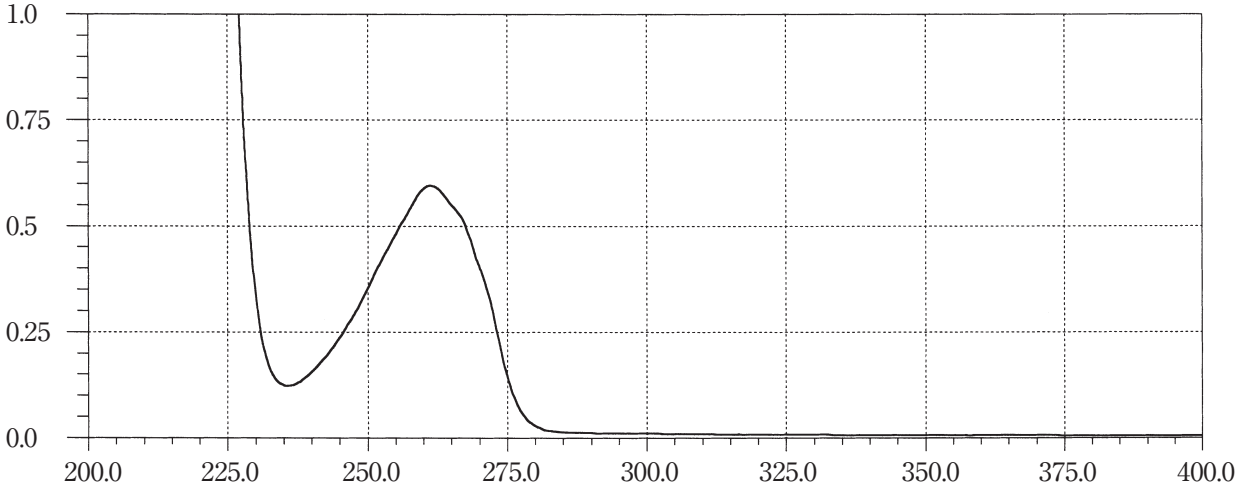
メタノール溶液(1→50000)

ミノサイクリン塩酸塩



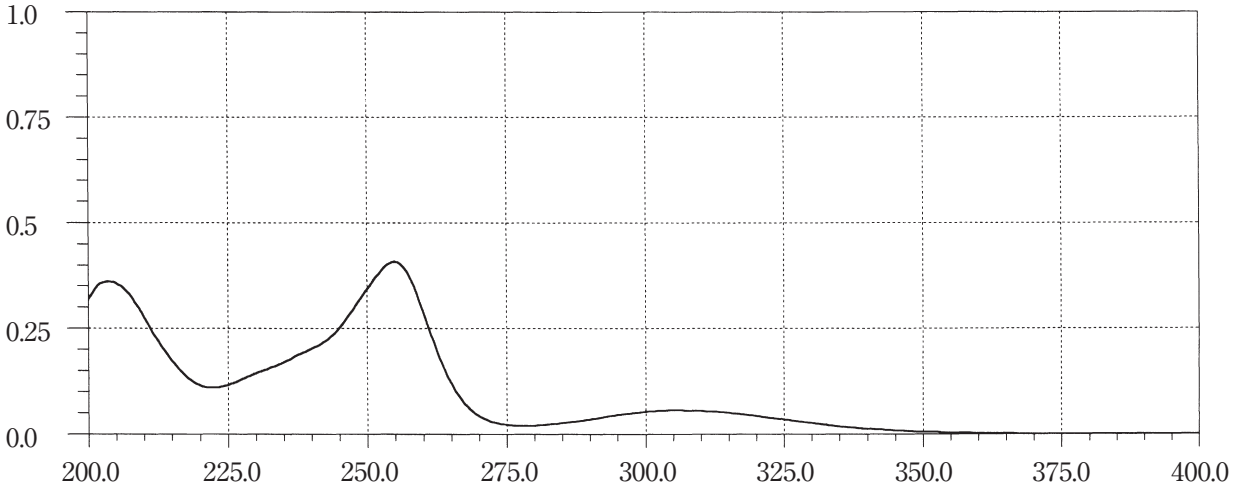
塩酸のメタノール溶液(19→20000)溶液(1→62500)

メキシレチン塩酸塩



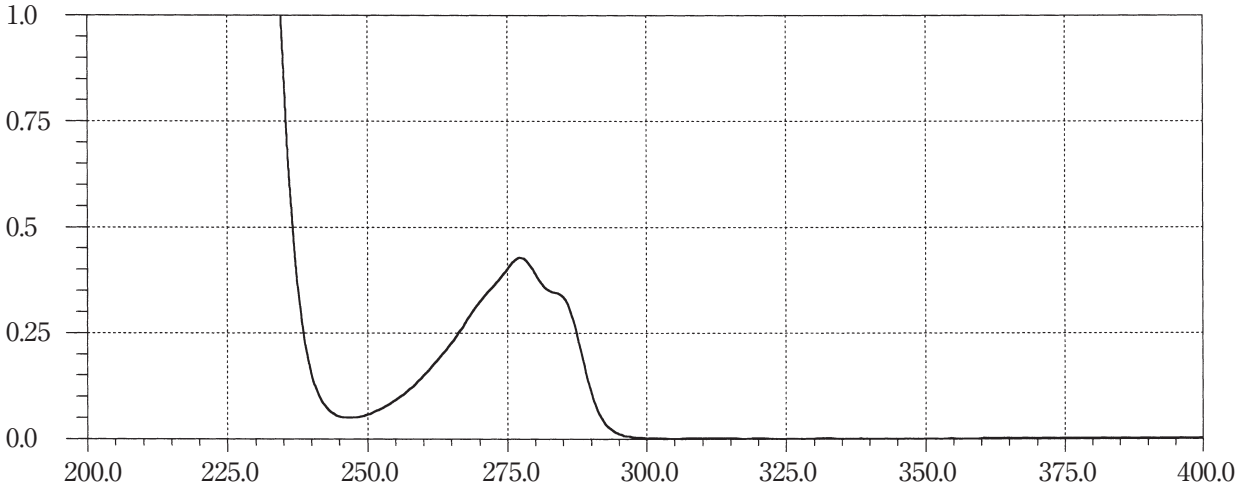
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→2000）

メキタジン



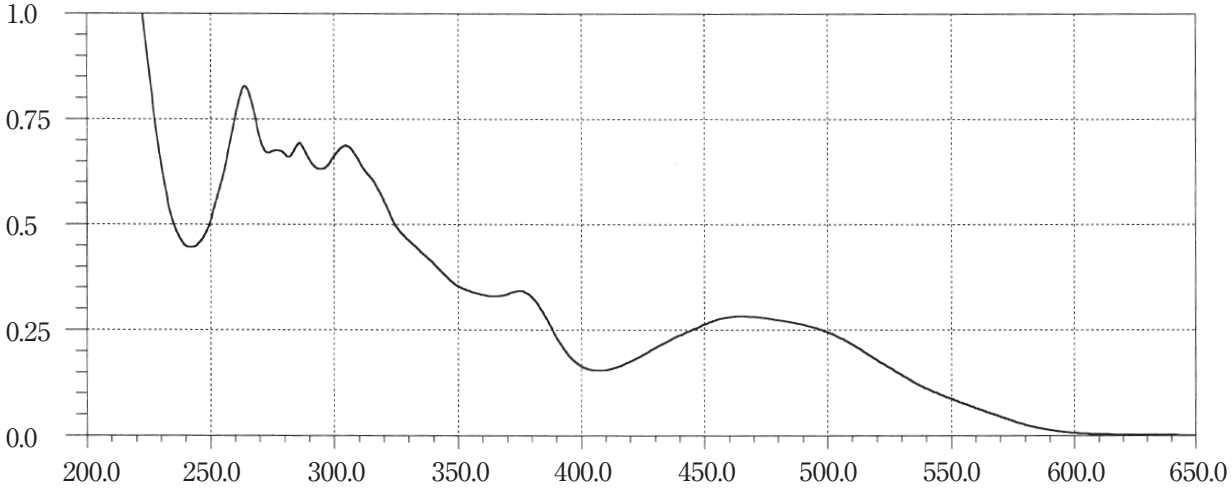
エタノール（95）溶液（1→250000）

メクロフェノキサート塩酸塩



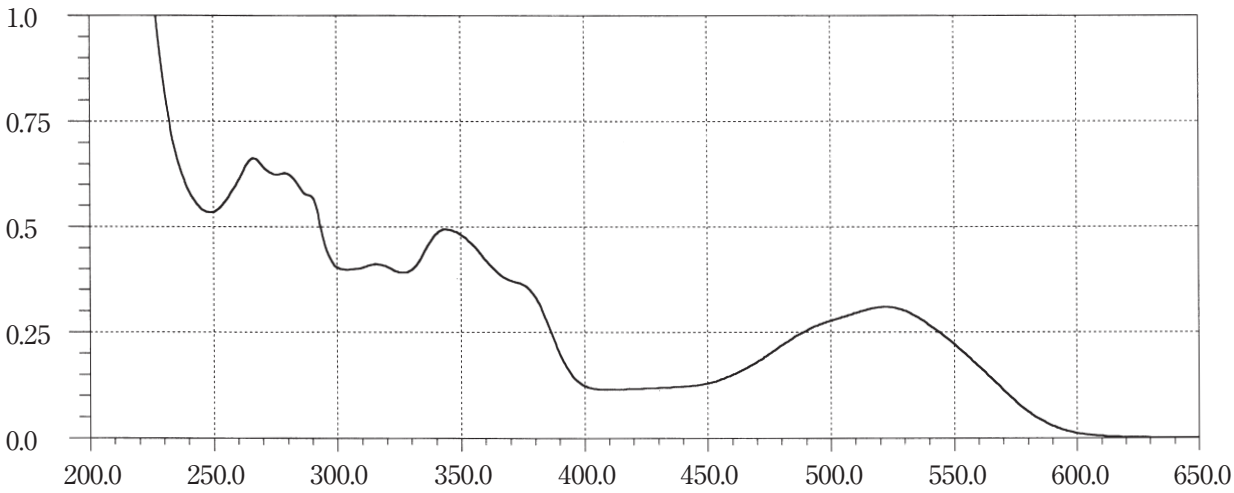
水溶液（1→10000）

メコバラミン 1



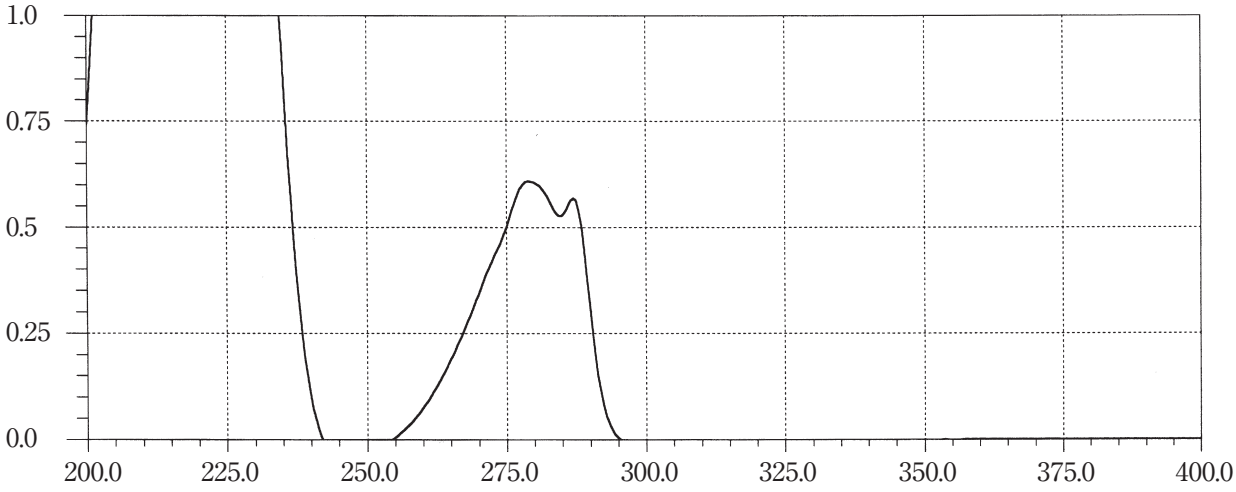
pH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液溶液（1→20000）

メコバラミン 2



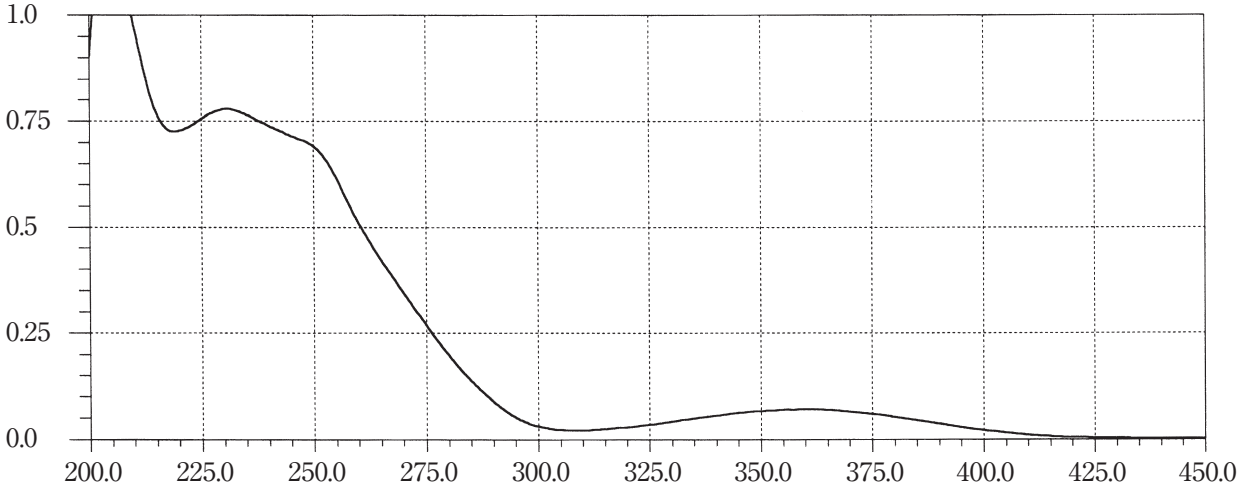
pH7.0のリン酸塩緩衝液溶液（1→20000）

メストラノール



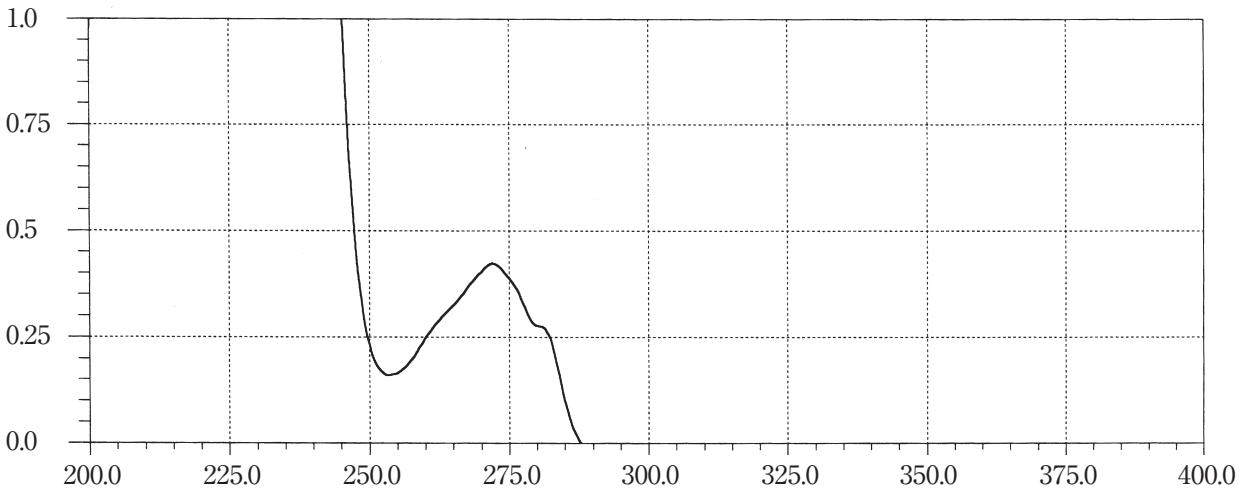
エタノール（99.5）溶液（1→10000）

メダゼパム



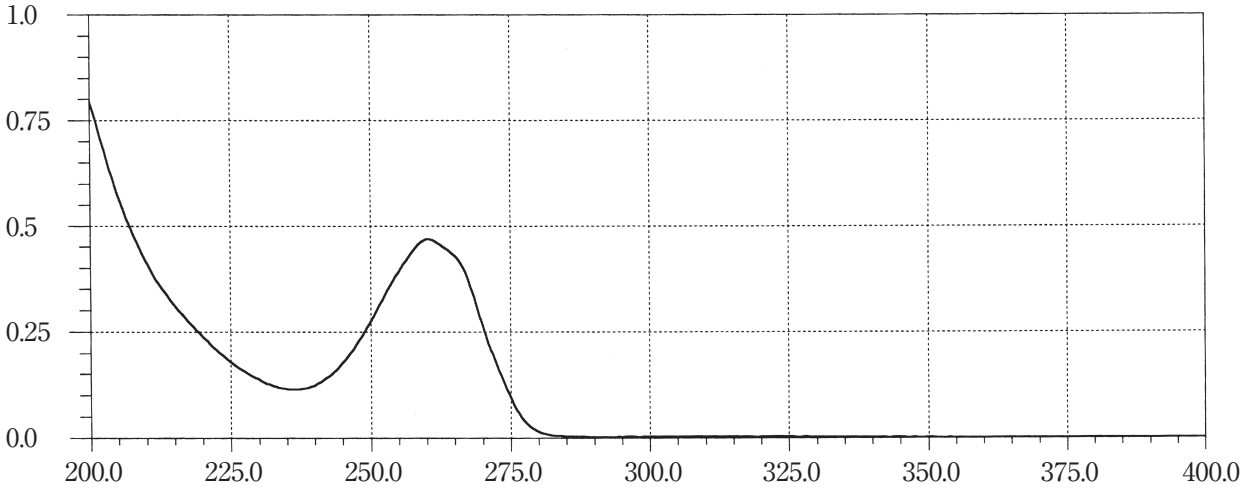
メタノール溶液（1→100000）

メチクラン



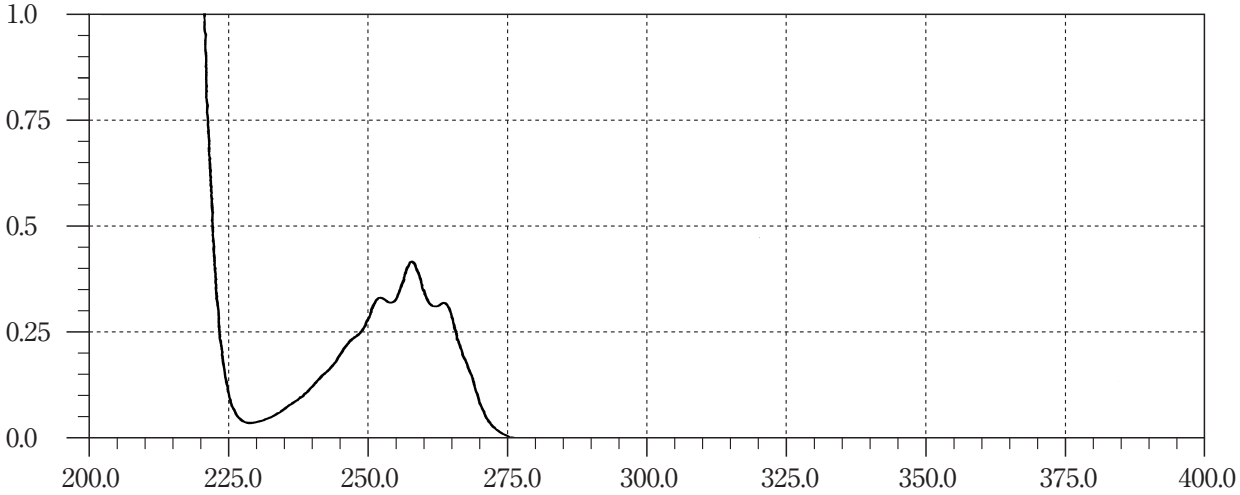
メタノール溶液（3→10000）

メチラポン



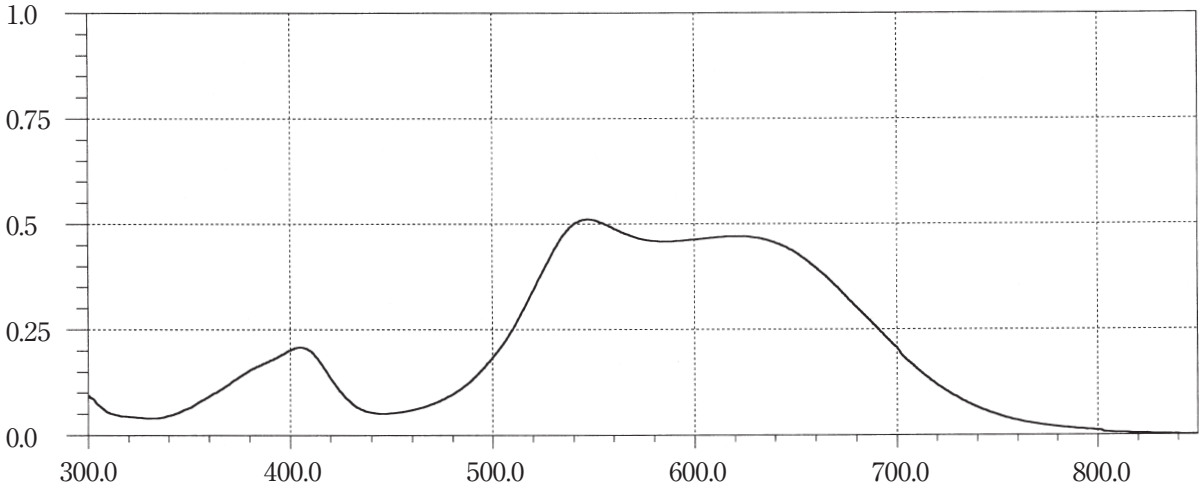
0.5mol/L硫酸試液溶液（1→100000）

dl-メチルエフェドリン塩酸塩



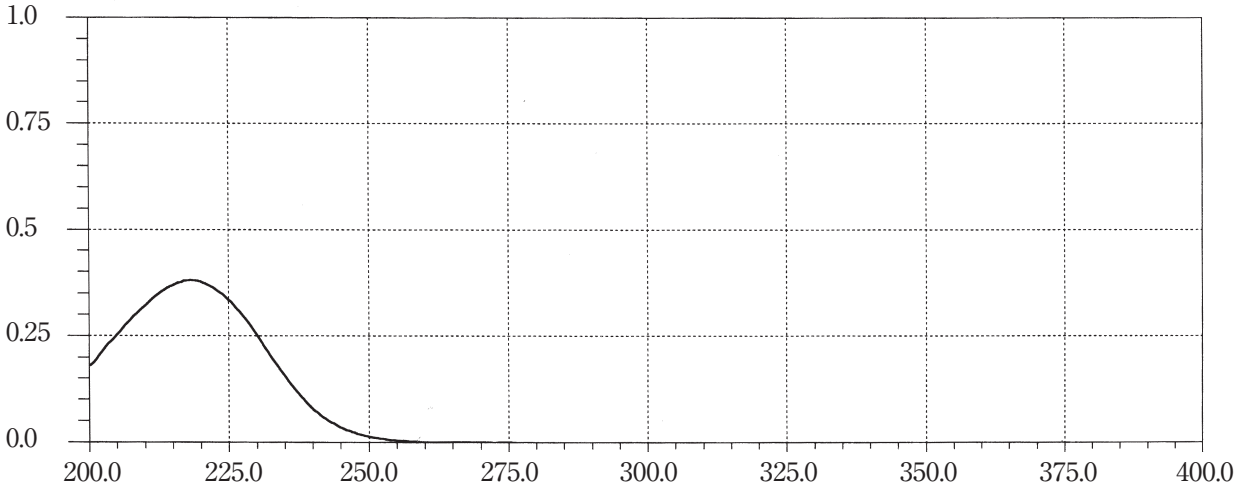
水溶液（1→2000）

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩



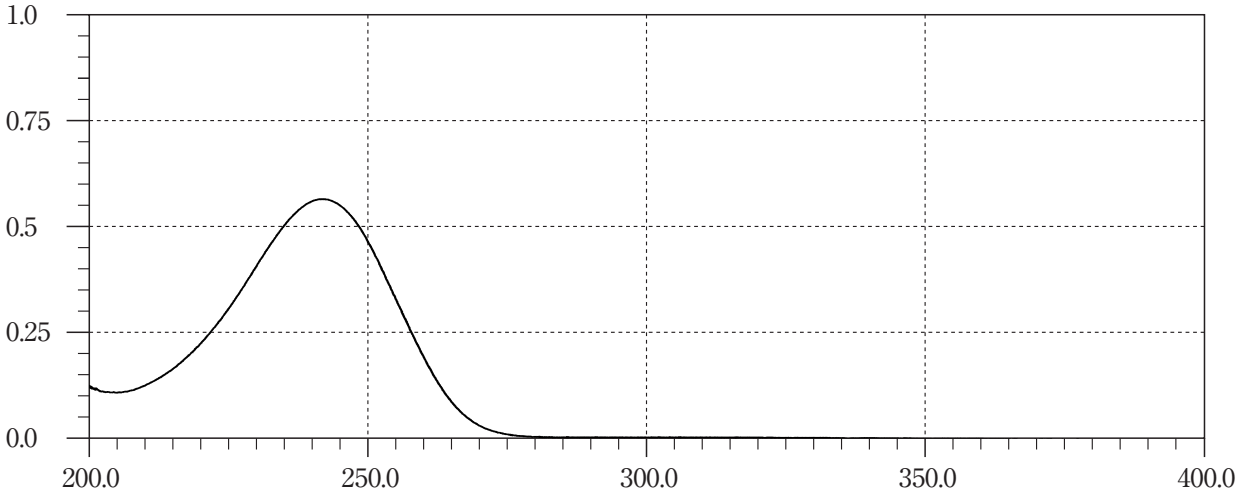
定量法で得た呈色液

メチルジゴキシン



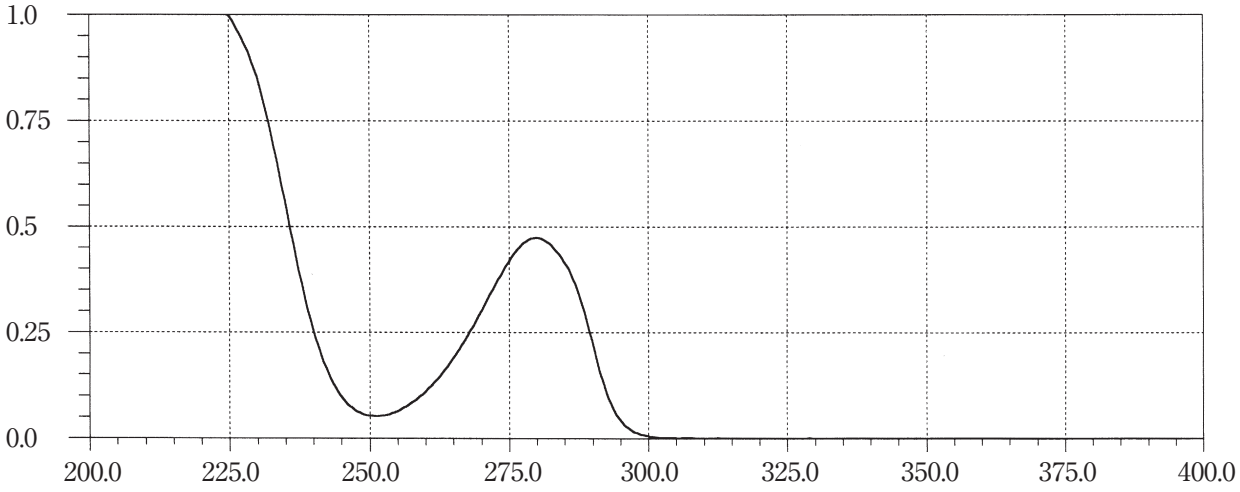
メタノール溶液（1→50000）

メチルテストステロン



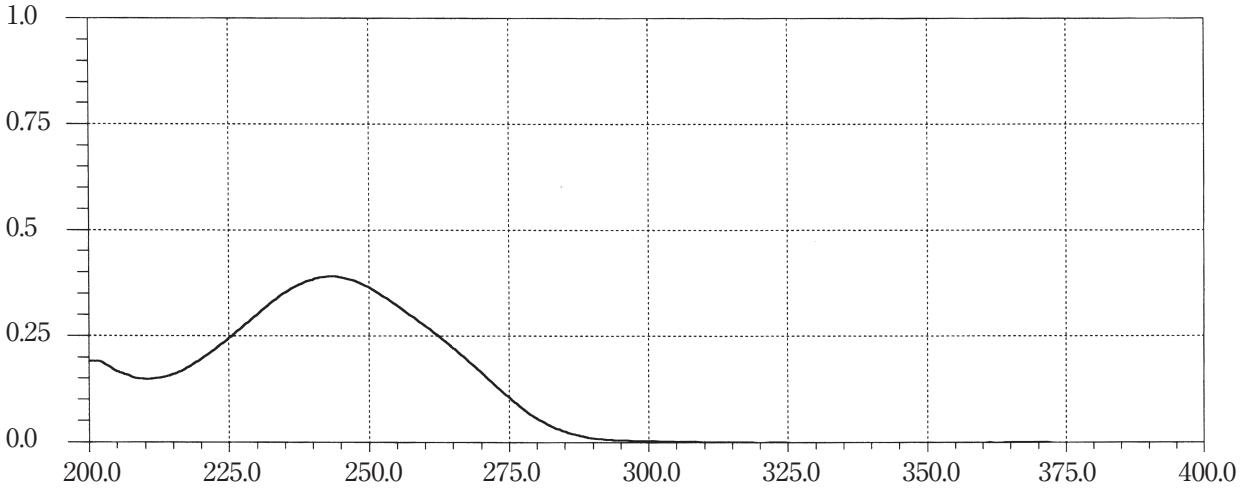
エタノール(95)溶液(1→100000)

メチルドパ水和物



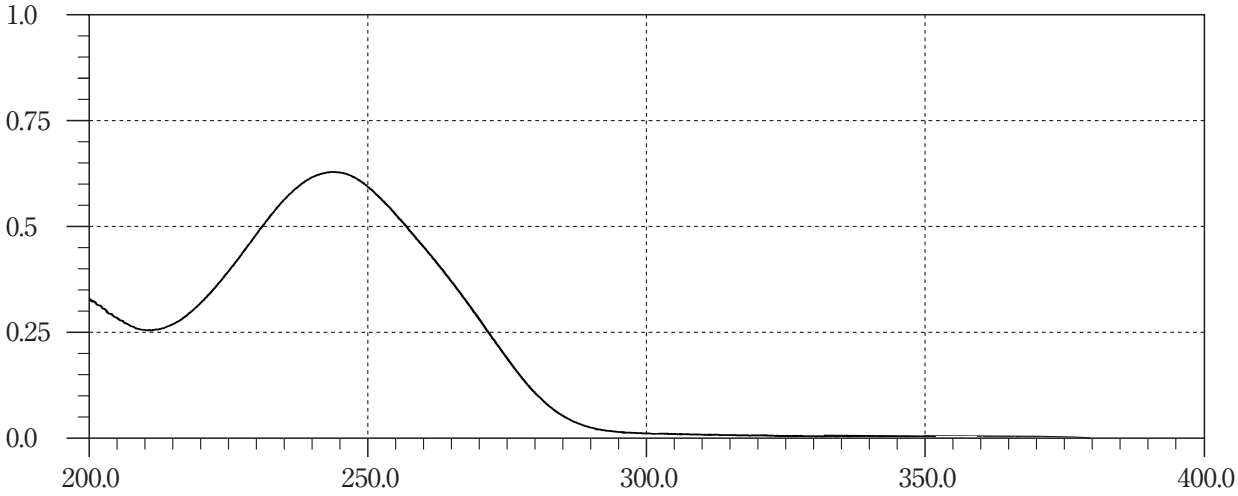
0.1mol/L塩酸試液溶液(1→25000)

メチルプレドニゾロン



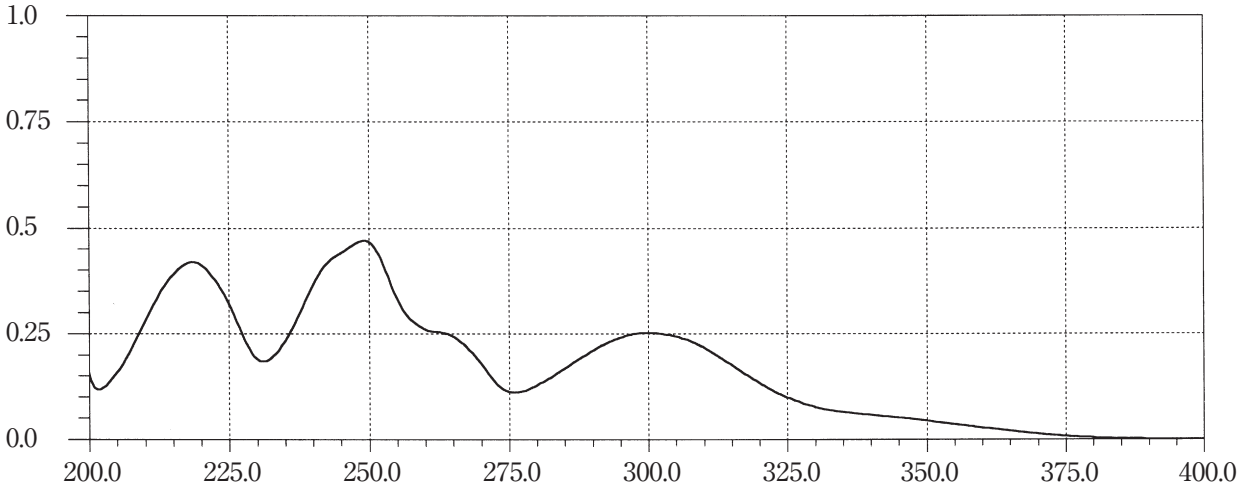
メタノール溶液(1→100000)

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル



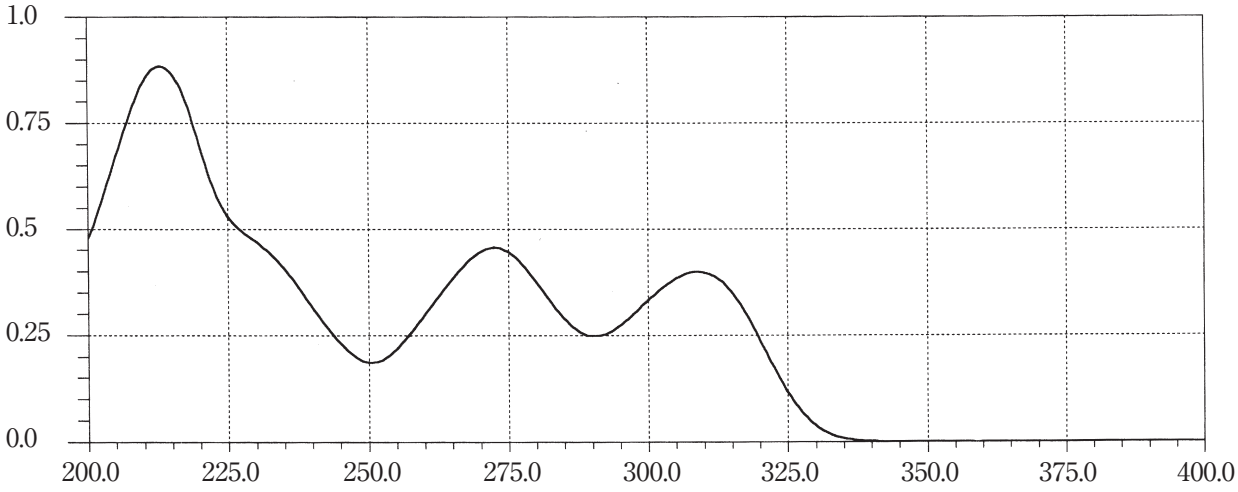
メタノール溶液（1→50000）

メトキサレン



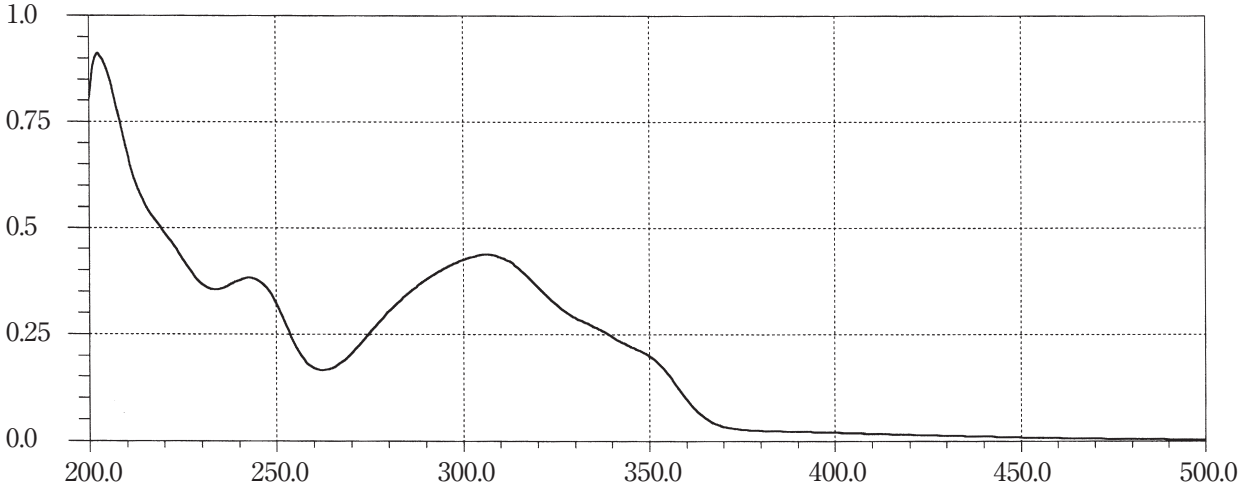
エタノール（95）溶液（1→200000）

メトクロプラミド



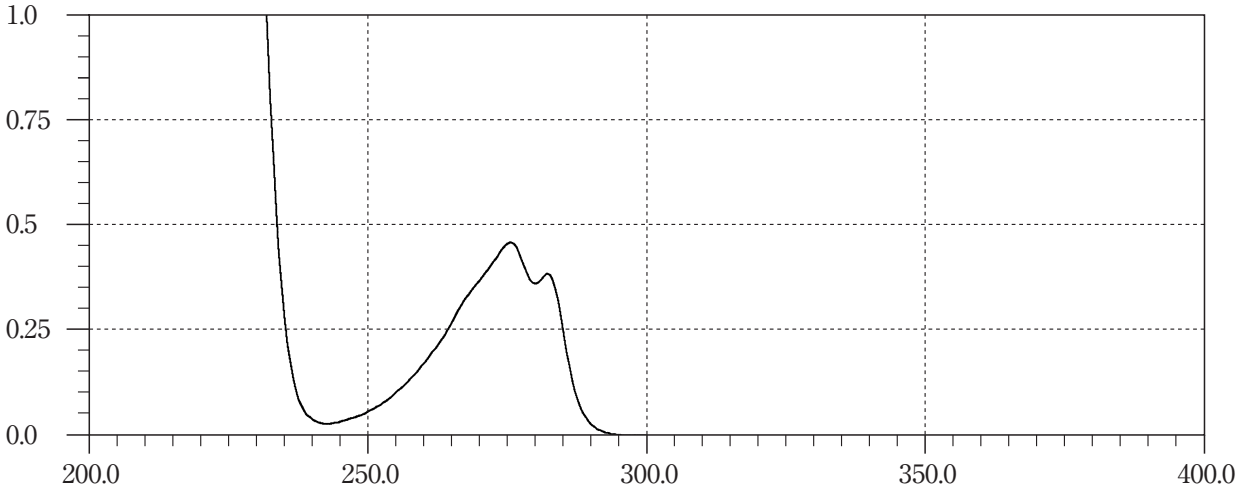
本品0.1g＋1mol/L塩酸試液1mL＋水を加えて100mL，この液1mLに水を加えて100mL

メトトレキサート



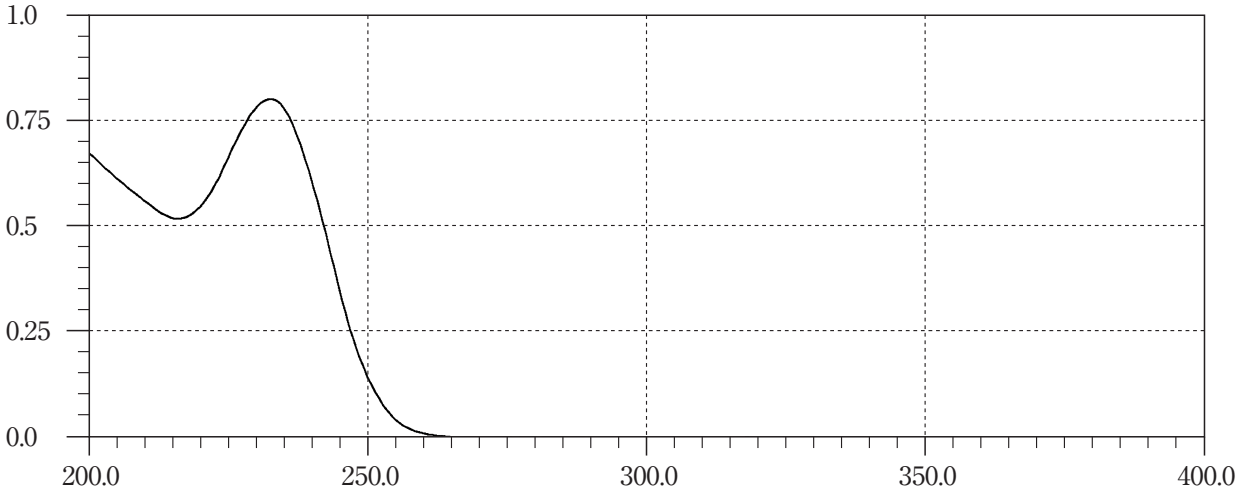
本品1mg＋0.1mol/L塩酸試液溶液100mL

メトプロロール酒石酸塩



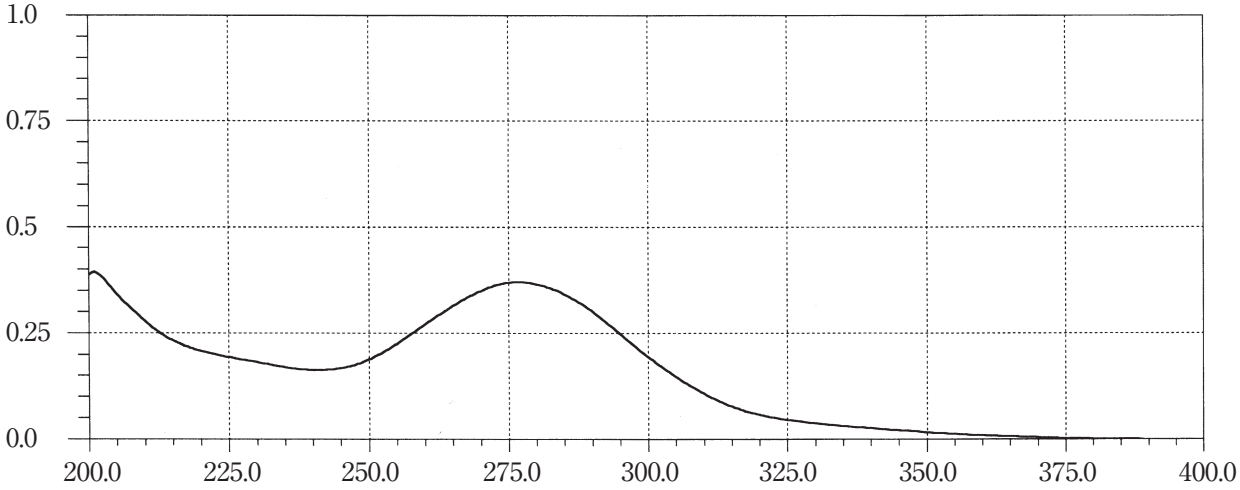
エタノール(95)溶液(1→10000)

メトホルミン塩酸塩



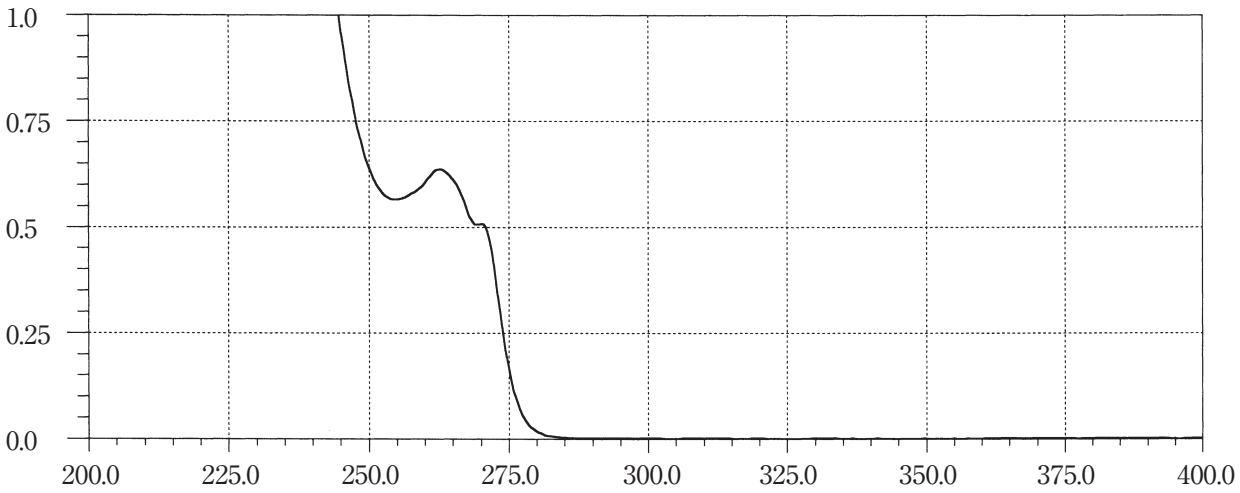
水溶液(1→100000)

メトロニダゾール



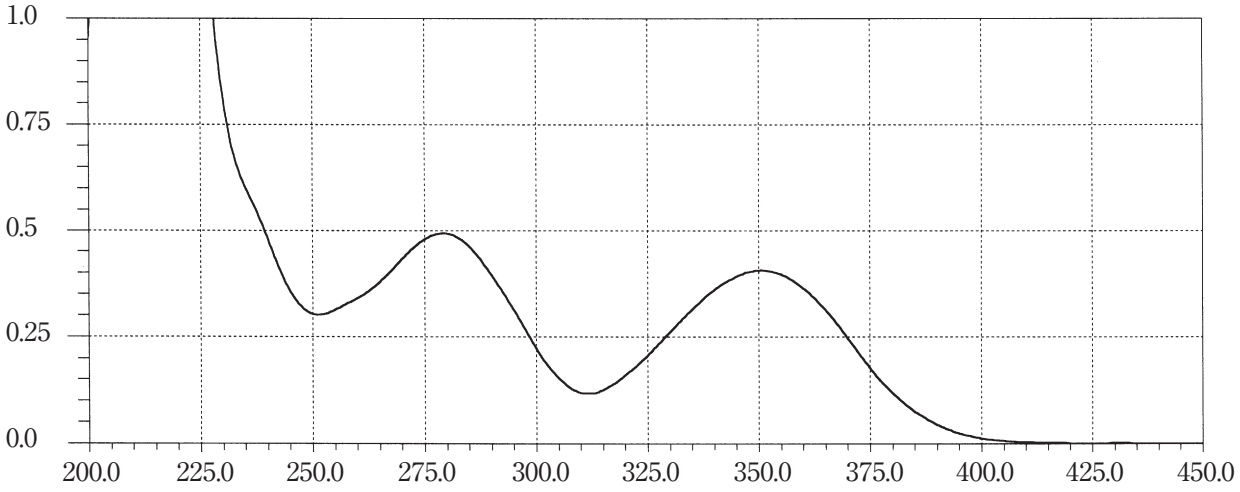
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→100000）

メピバカイン塩酸塩



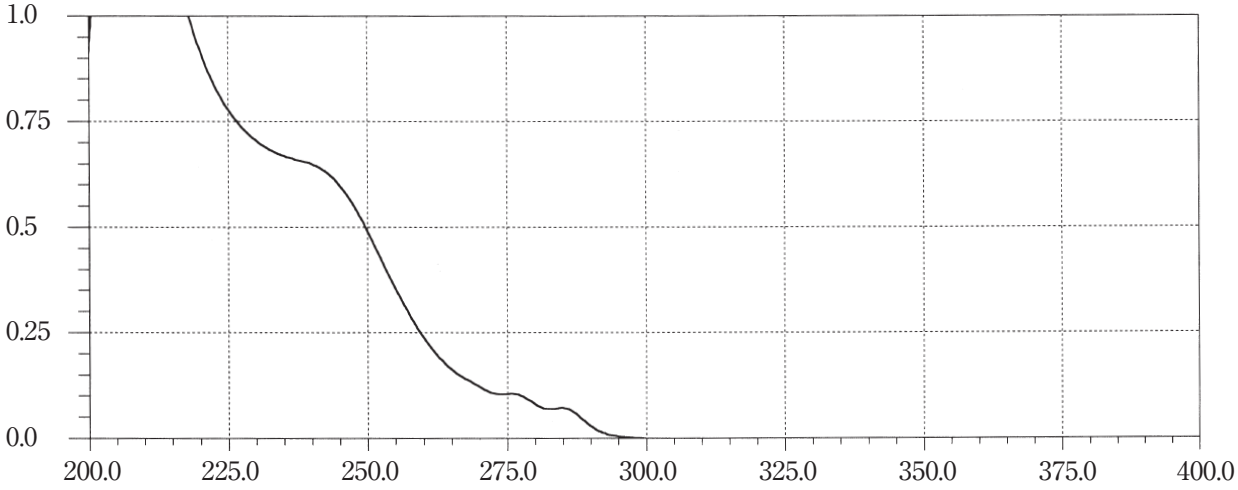
水溶液（1→2500）

メフェナム酸



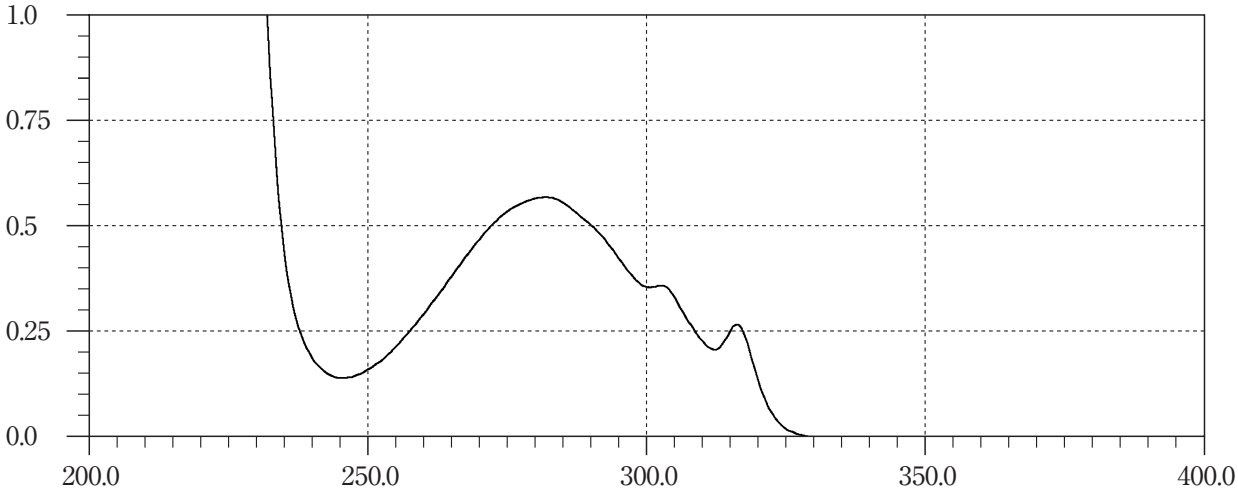
本品7mgを塩酸のメタノール溶液（1→1000）に溶かし500mL

メフルシド



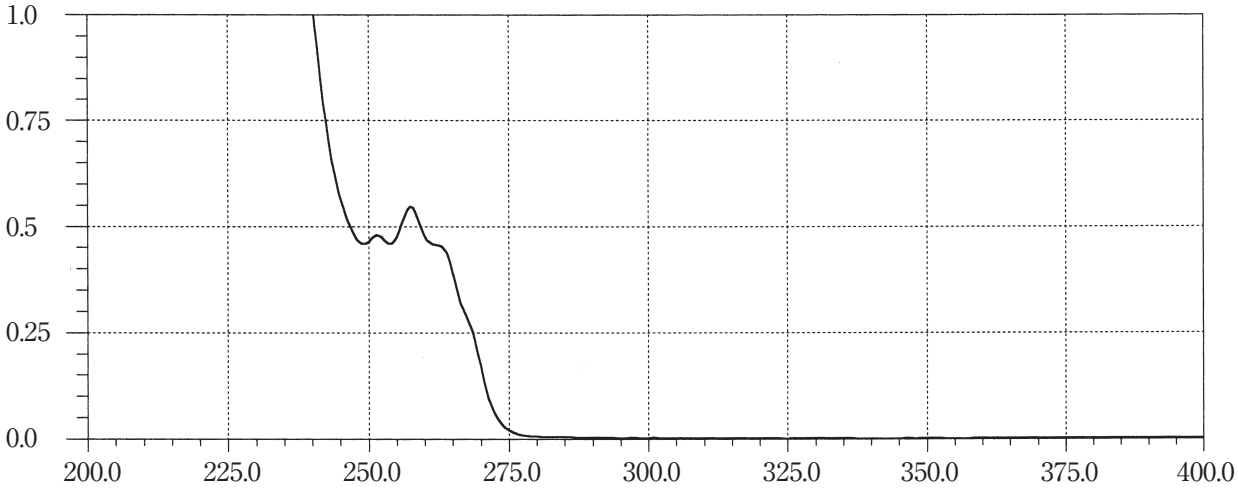
メタノール溶液（1→40000）

メフロキン塩酸塩



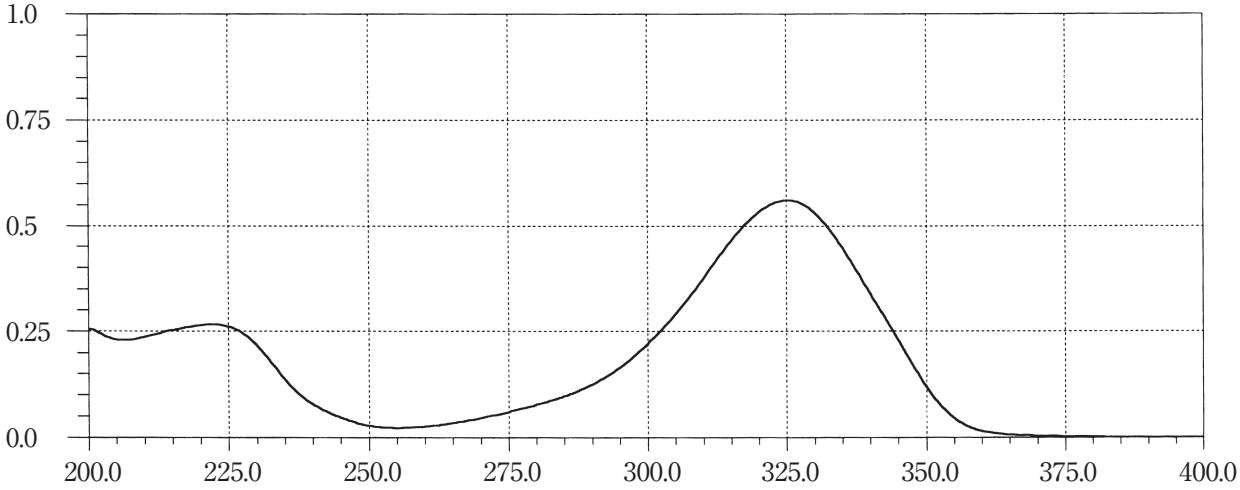
メタノール溶液（1→25000）

メペンゾラート臭化物



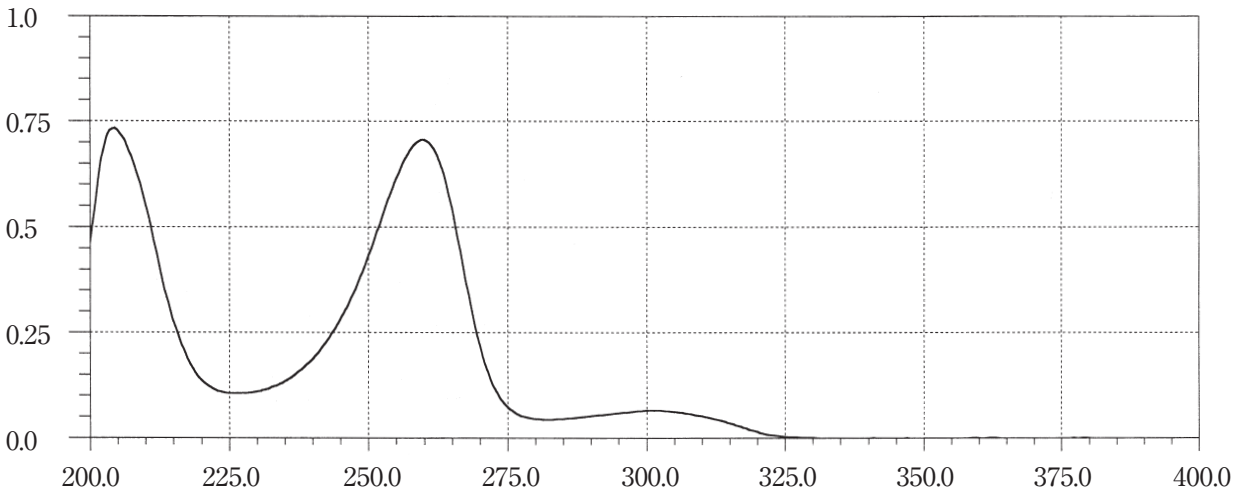
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→2000）

メルカプトプリン水和物



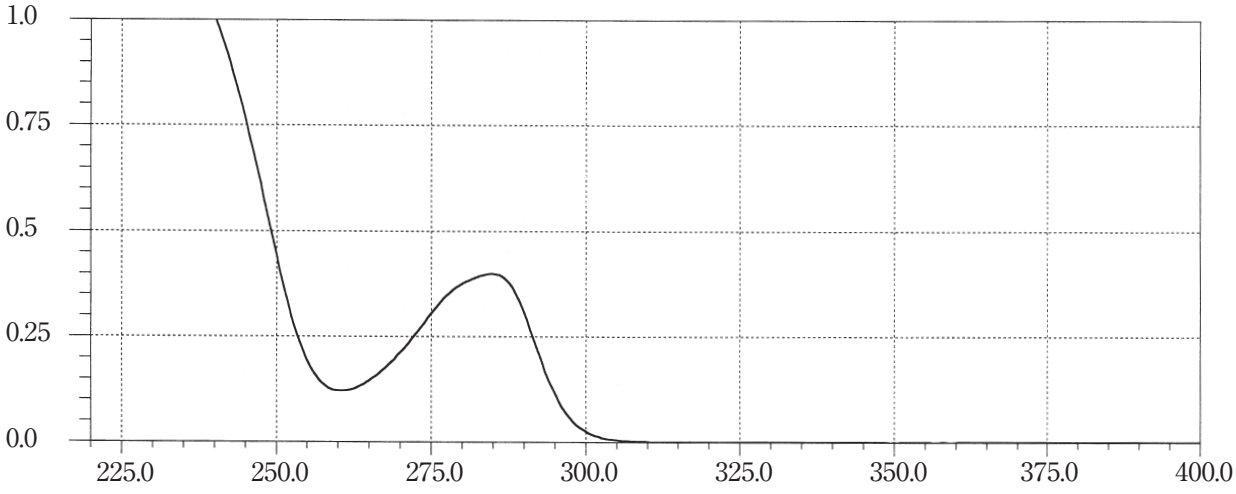
0.1mol/L塩酸試液溶液（1→200000）

メルファラン



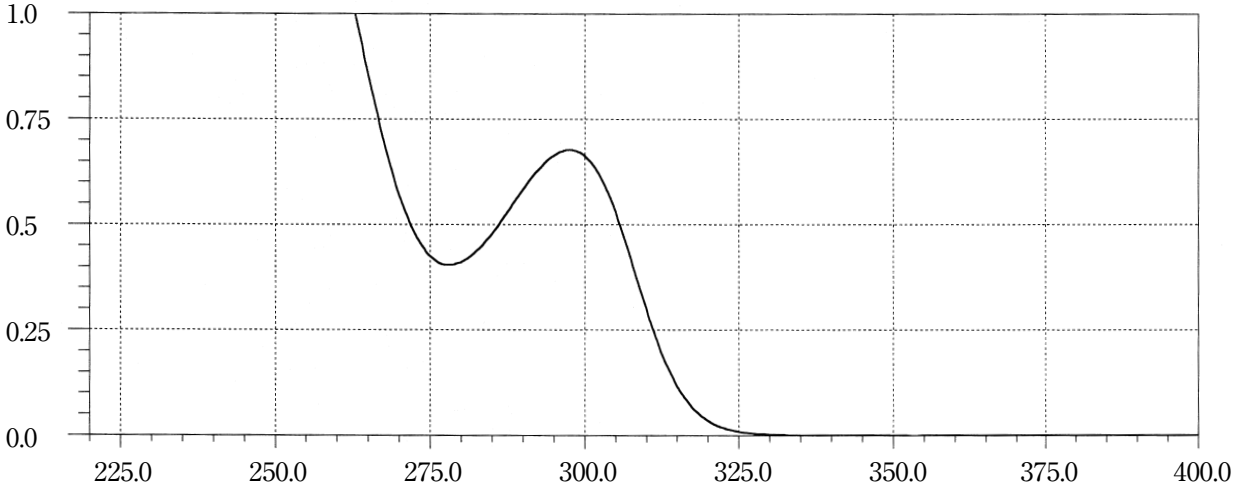
メタノール溶液（1→100000）

モルヒネ塩酸塩水和物 1



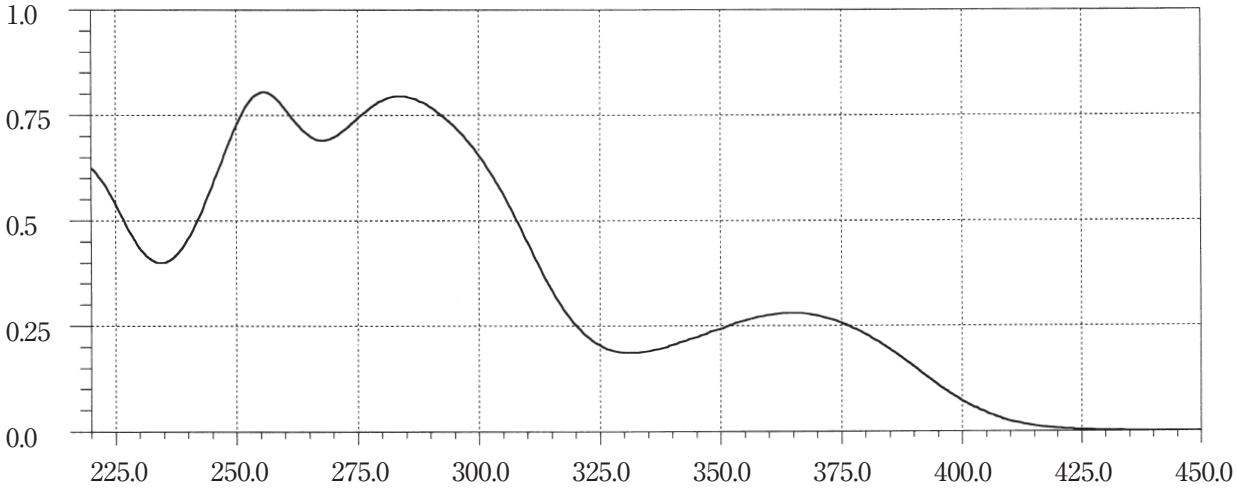
水溶液（1→10000）

モルヒネ塩酸塩水和物 2



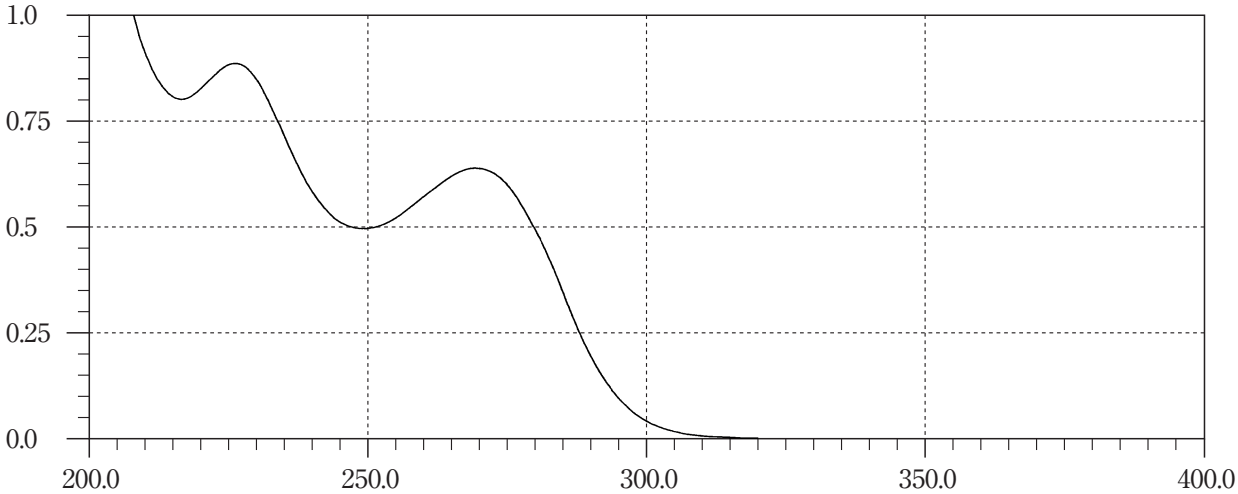
希水酸化ナトリウム試液溶液（1→10000）

葉酸



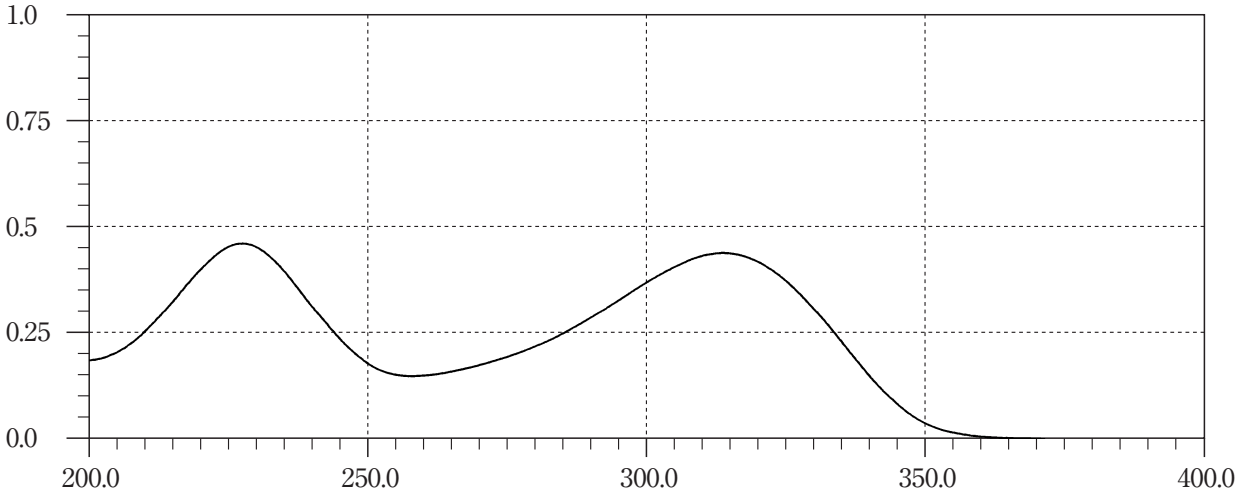
希水酸化ナトリウム試液溶液（3→200000）

ラタモキセフナトリウム



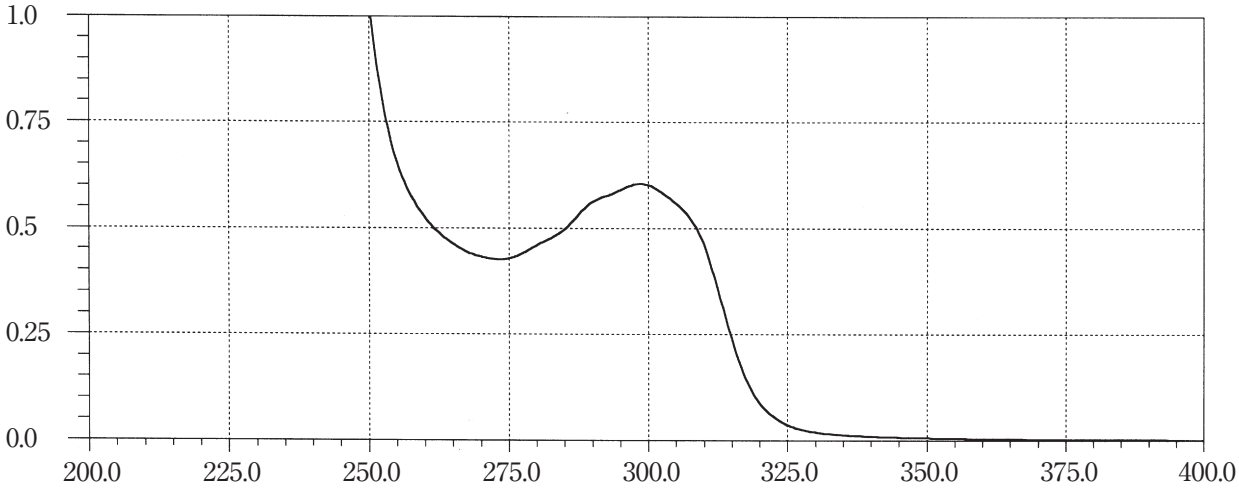
水溶液（3→100000）

ラニチジン塩酸塩



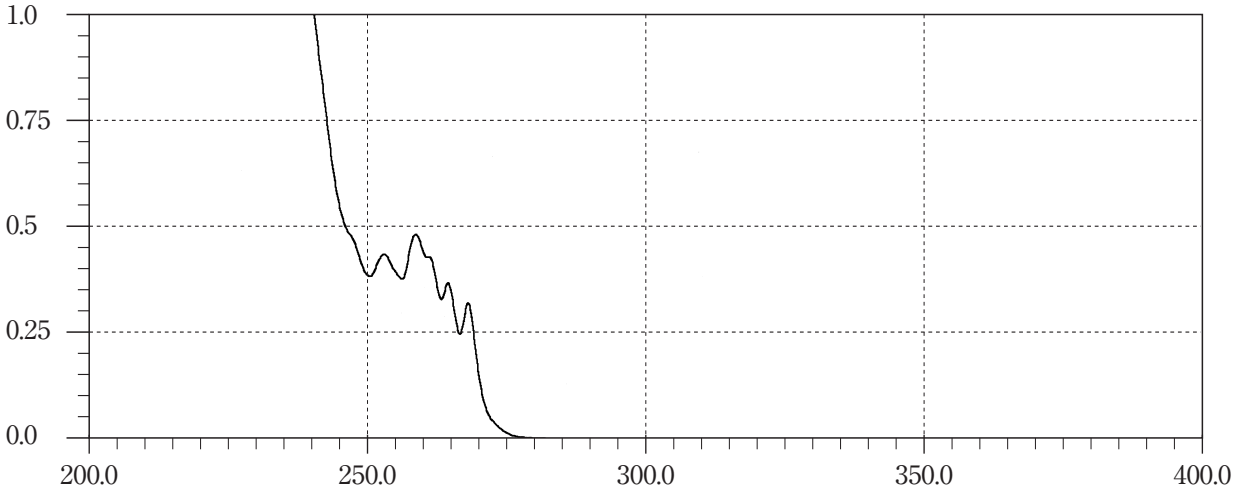
水溶液（1→100000）

リオチロニンナトリウム



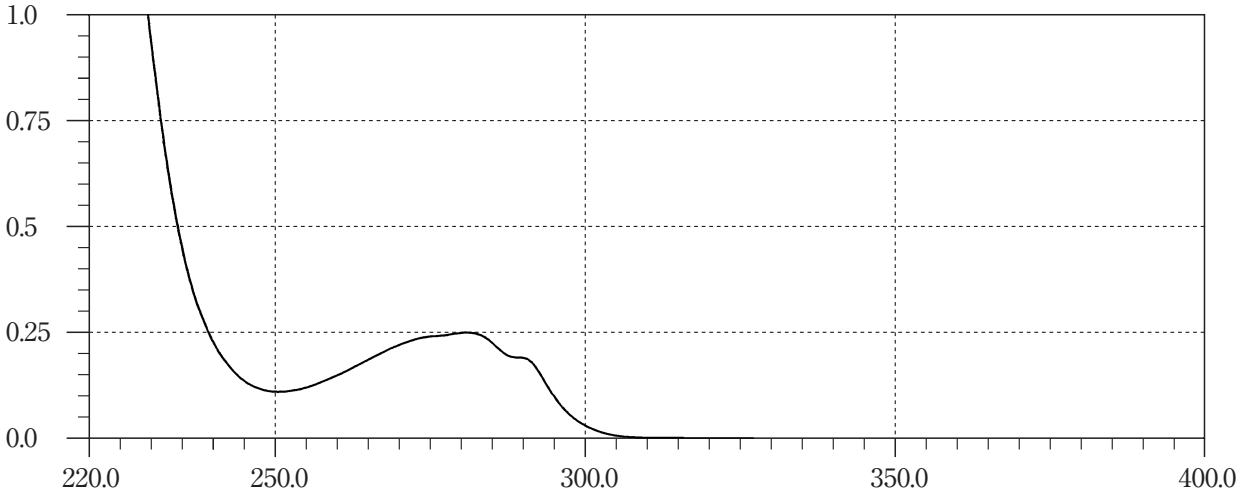
エタノール（95）溶液（1→10000）

リシノプリル水和物



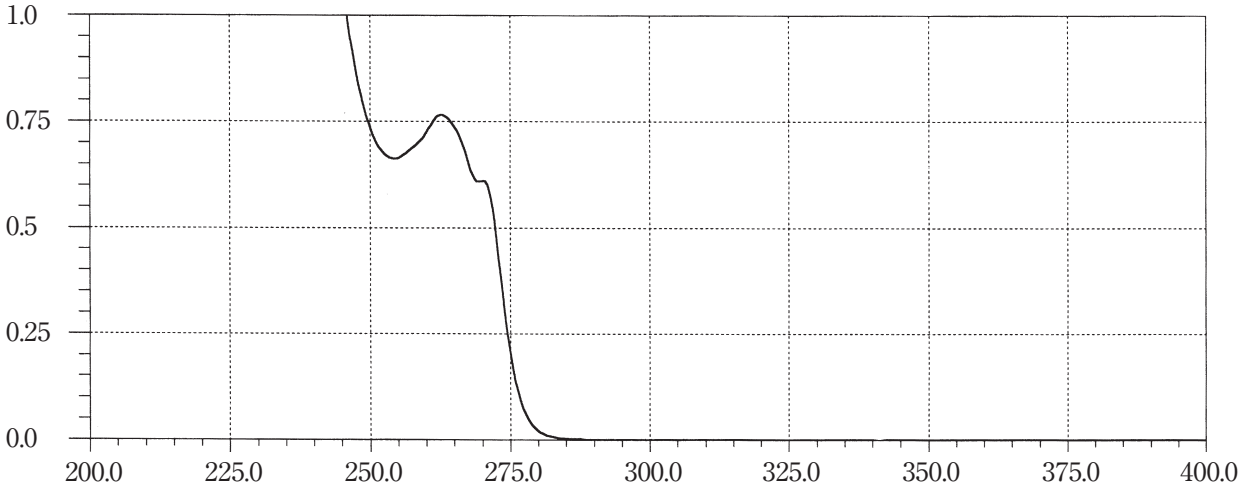
メタノール溶液（1→1000）

リゾチーム塩酸塩



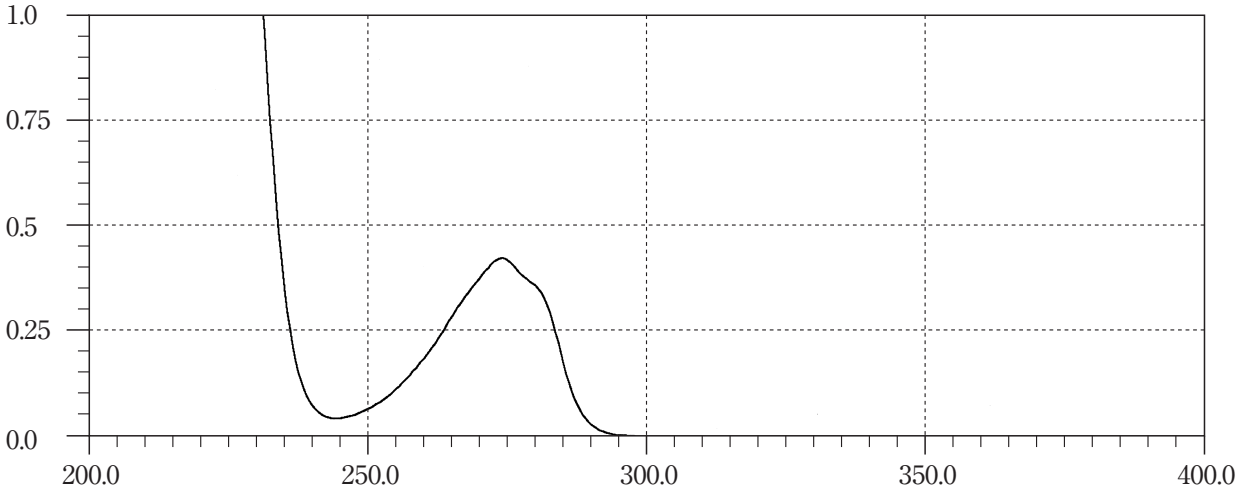
pH5.4 の酢酸塩緩衝液溶液（1→10000）

リドカイン



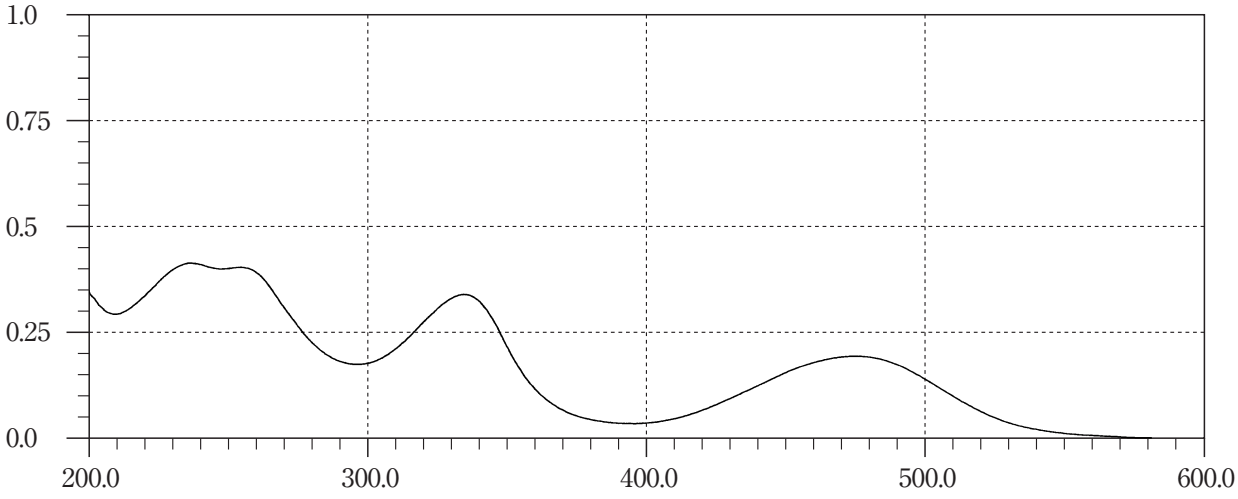
本品0.04g＋1mol/L塩酸試液10mL＋水を加えて100mL

リトドリン塩酸塩



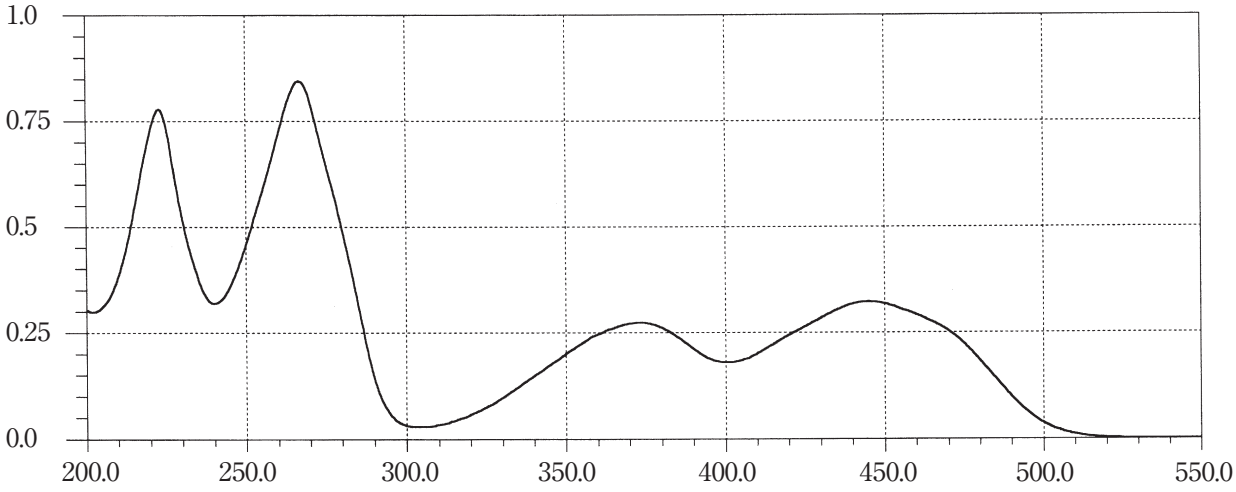
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→20000）

リファンピシン



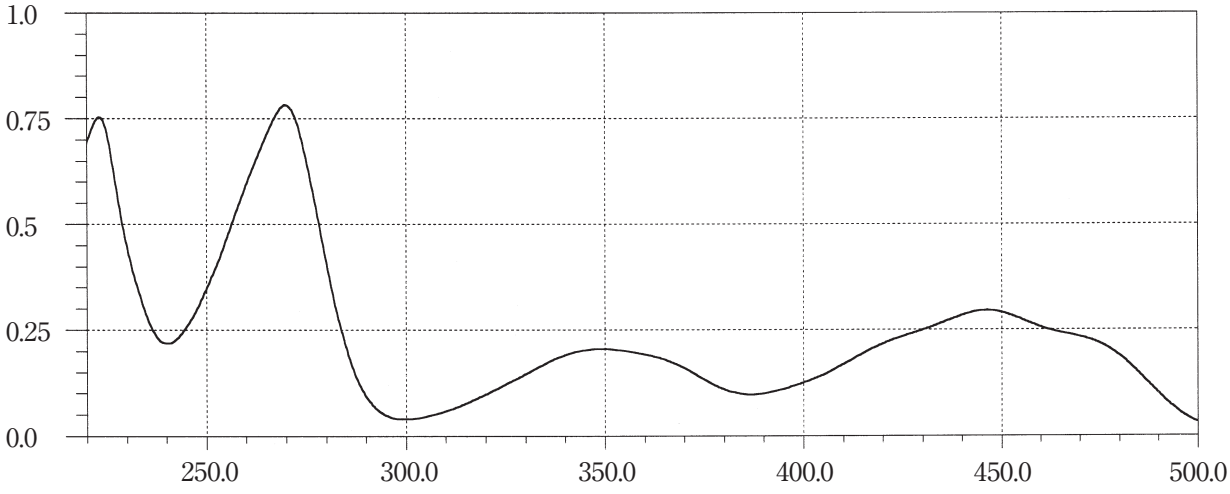
メタノール溶液（1→5000），この液5mLに pH7.0 の 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mL

リボフラビン



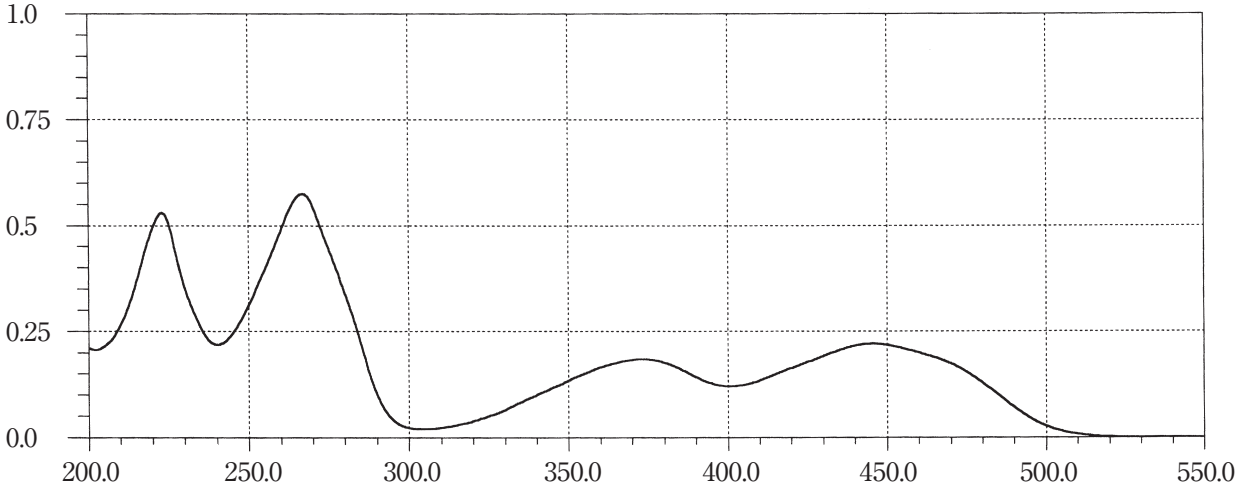
pH7.0のリン酸塩緩衝液溶液（1→100000）

リボフラビン酪酸エステル



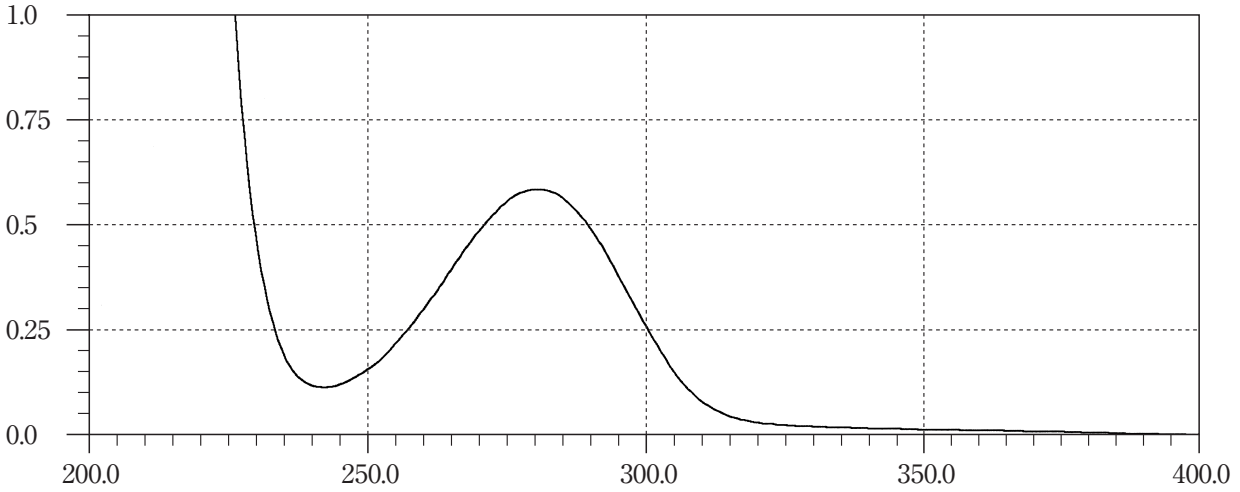
定量法の試料溶液

リボフラビンリン酸エステルナトリウム



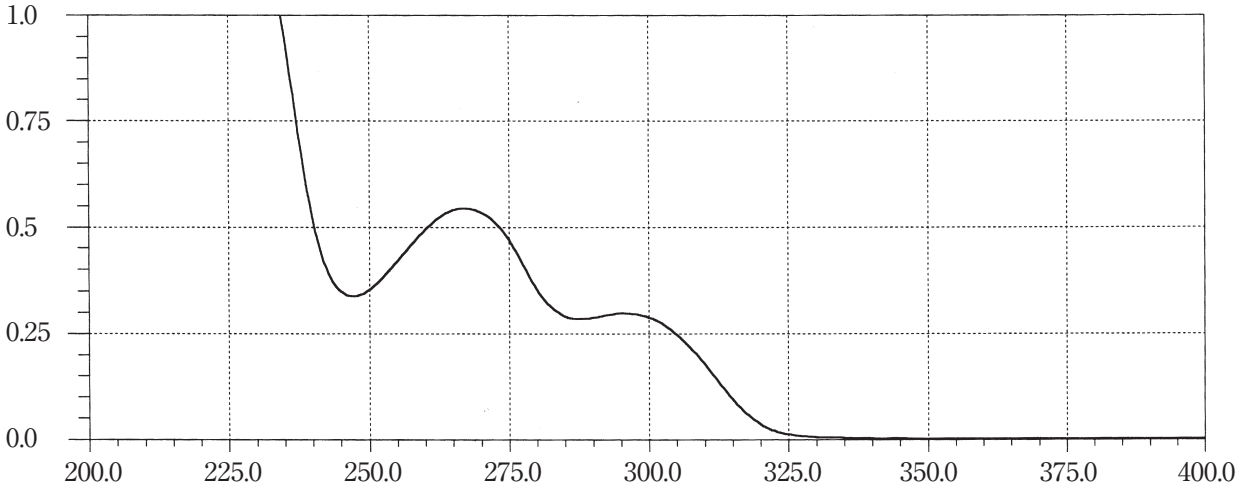
pH7.0のリン酸塩緩衝液溶液（1→100000）

リマプロスト　アルファデクス



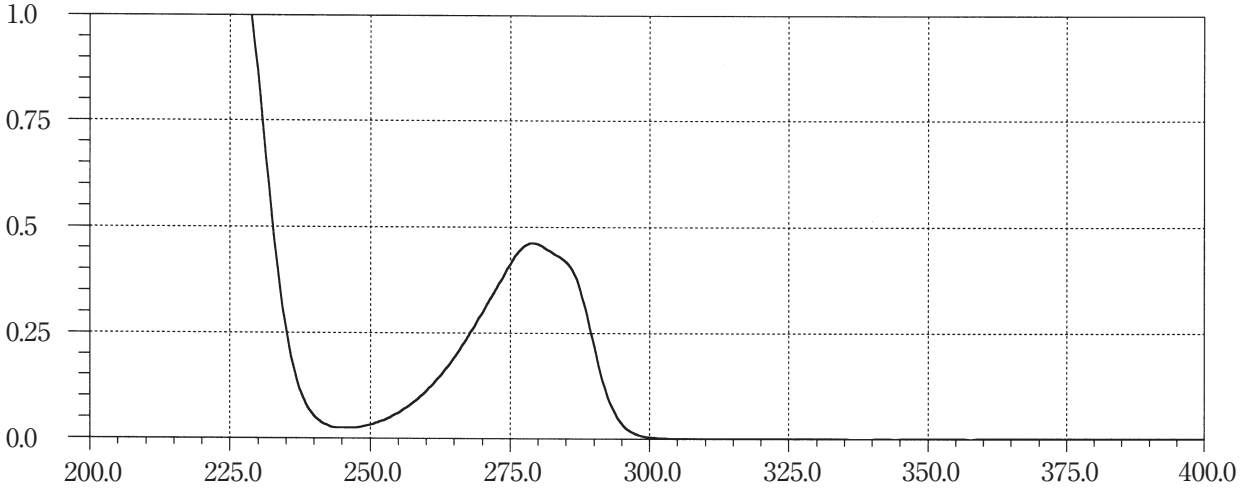
希エタノール溶液（3→10000），
この液10mL＋水酸化カリウム・エタノール試液1mL（15分間放置）

レセルピン



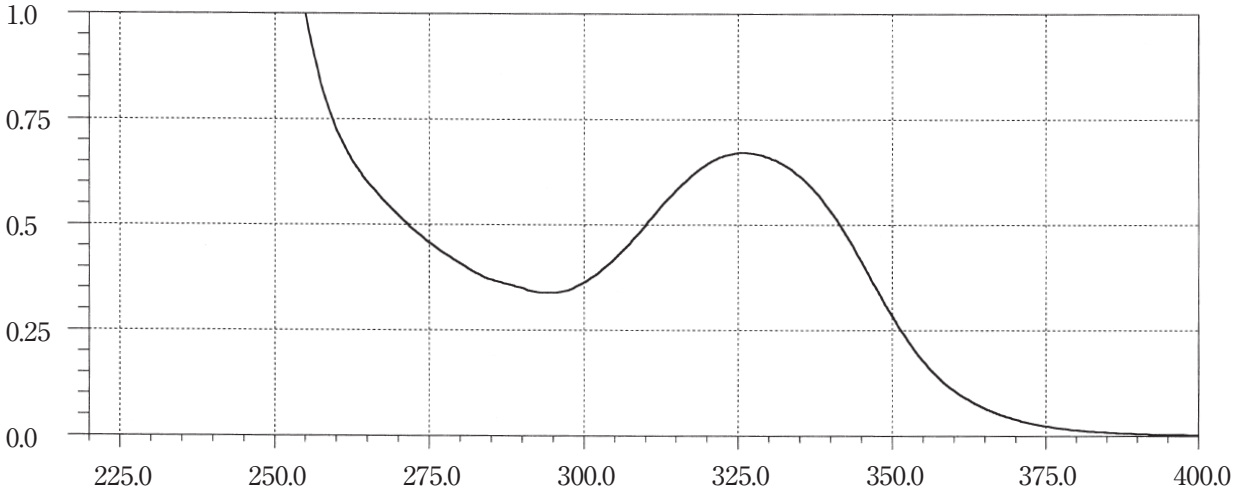
アセトニトリル溶液（1→50000）

レバロルファン酒石酸塩



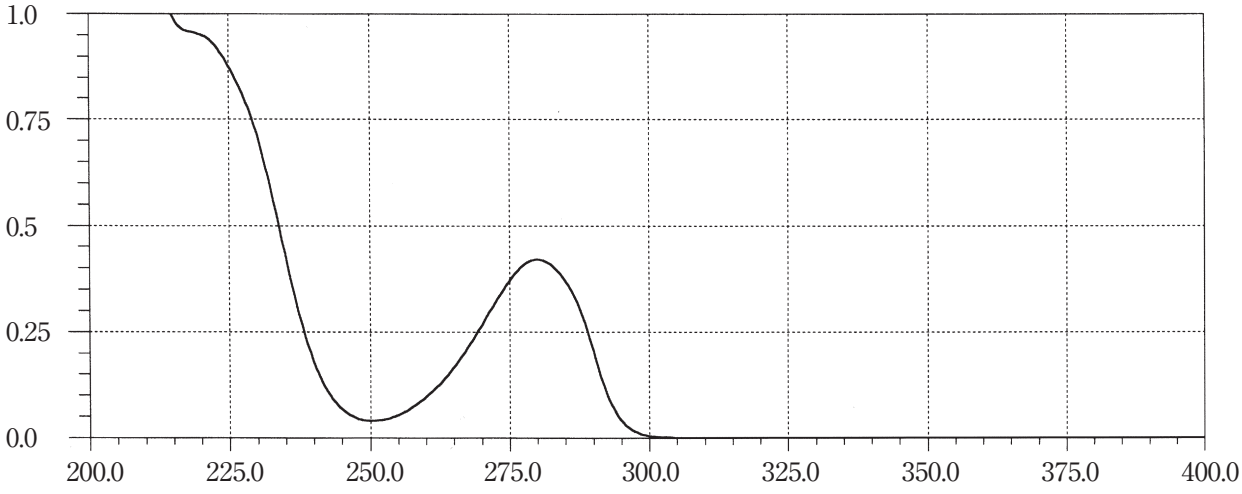
0.01mol/L塩酸試液溶液（1→10000）

レボチロキシンナトリウム水和物



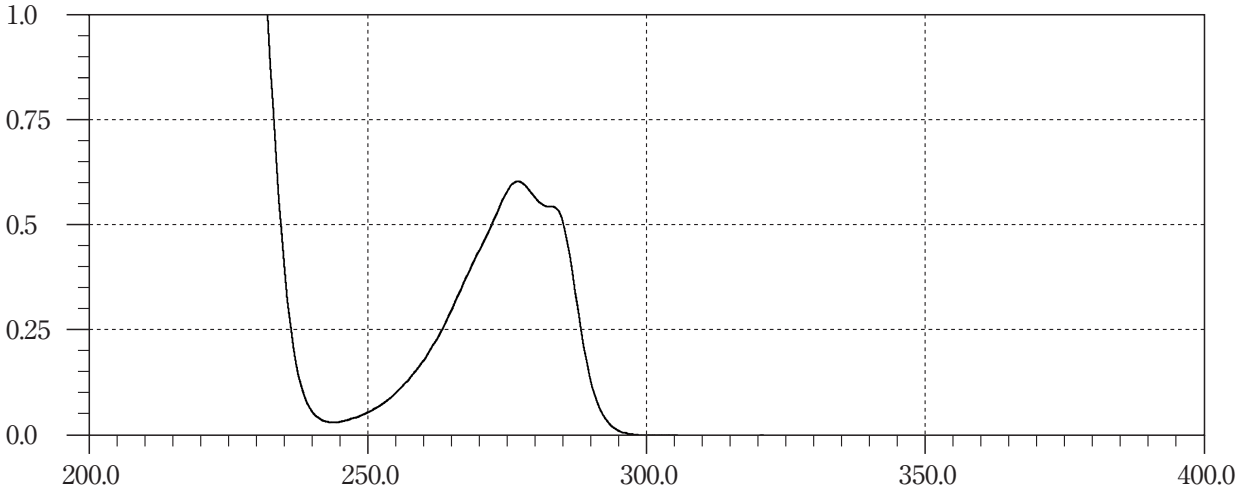
希水酸化ナトリウム試液溶液（1→10000）

レボドパ



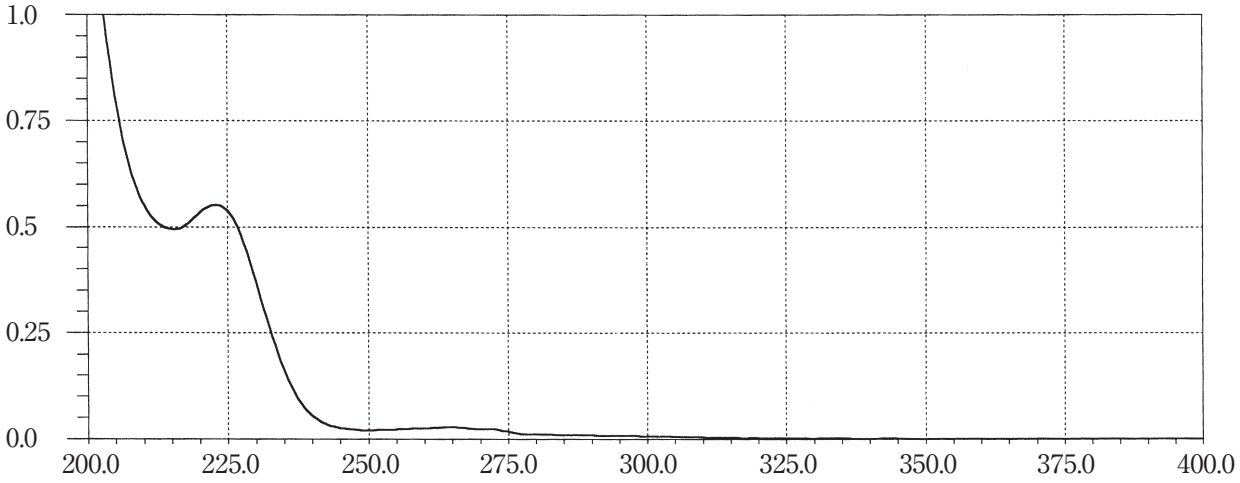
0.001mol/L塩酸試液溶液（3→100000）

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩



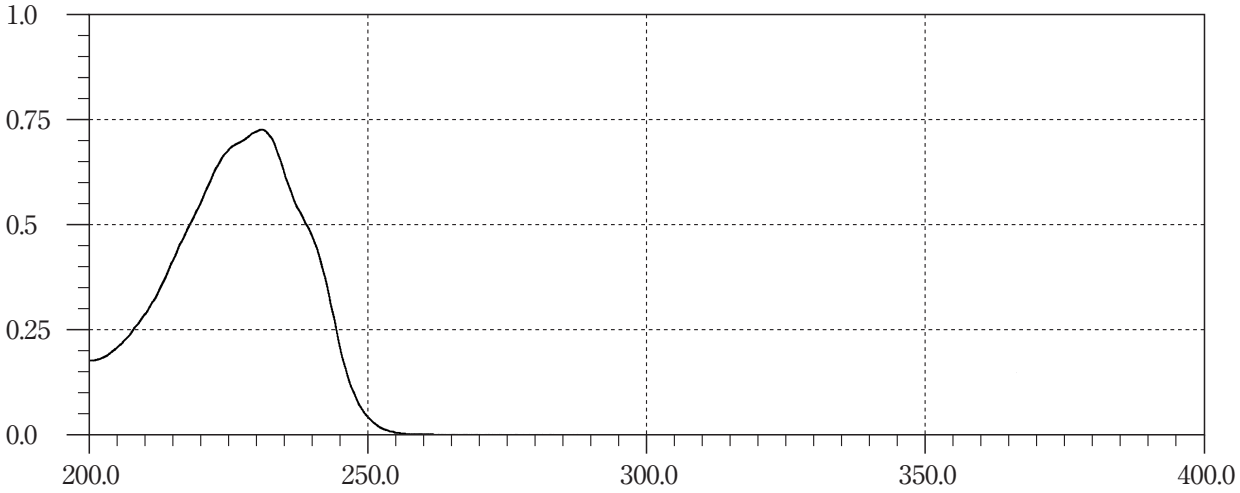
エタノール（99.5）溶液（1→10000）

ロキソプロフェンナトリウム水和物



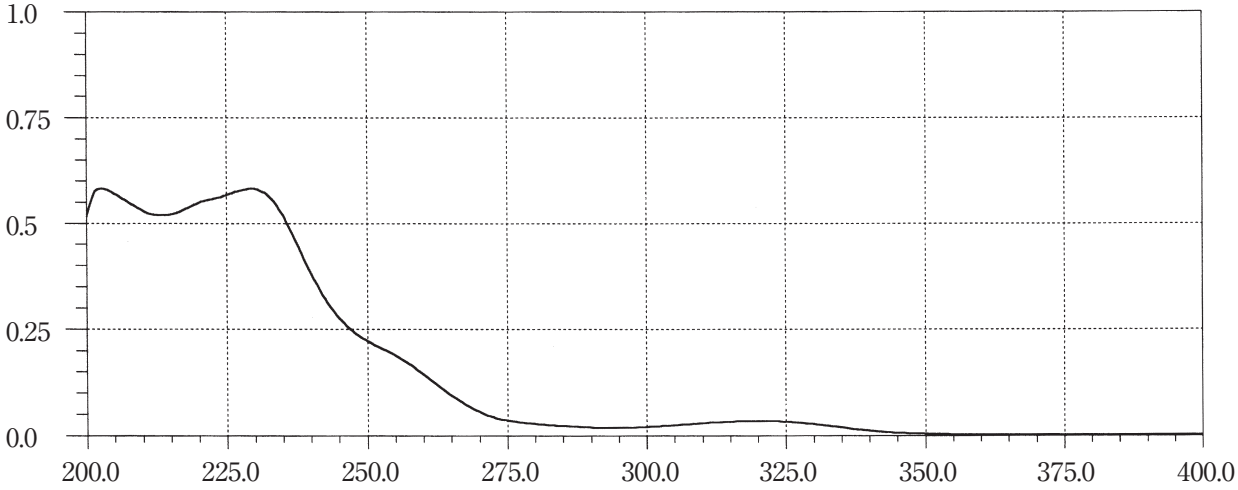
水溶液（1→55000）

ロキタマイシン



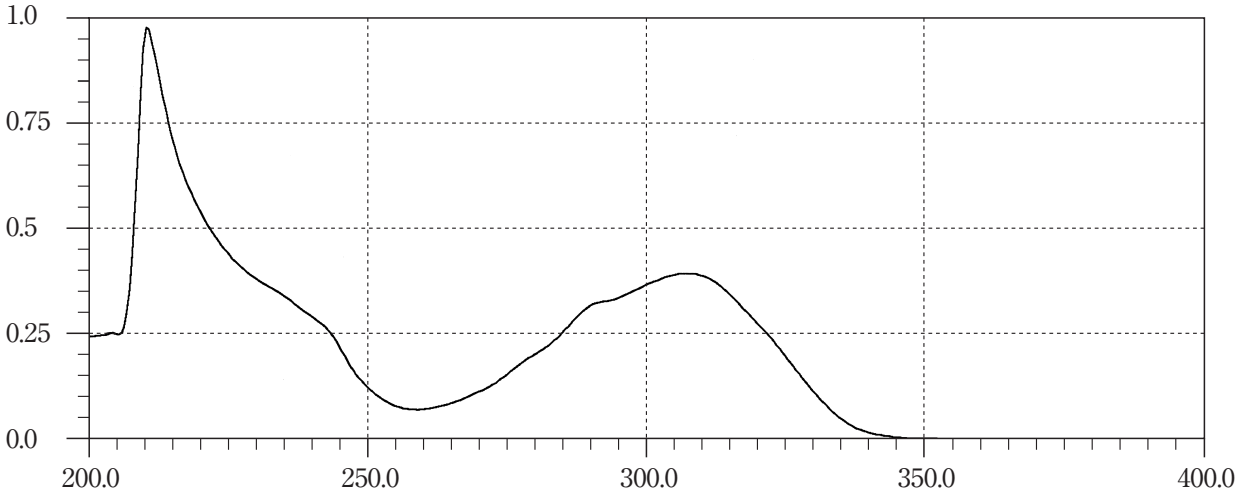
メタノール溶液（1→50000）

ロラゼパム



エタノール（95）溶液（1→200000）

ワルファリンカリウム



0.02mol/L水酸化カリウム試液溶液（1→100000）

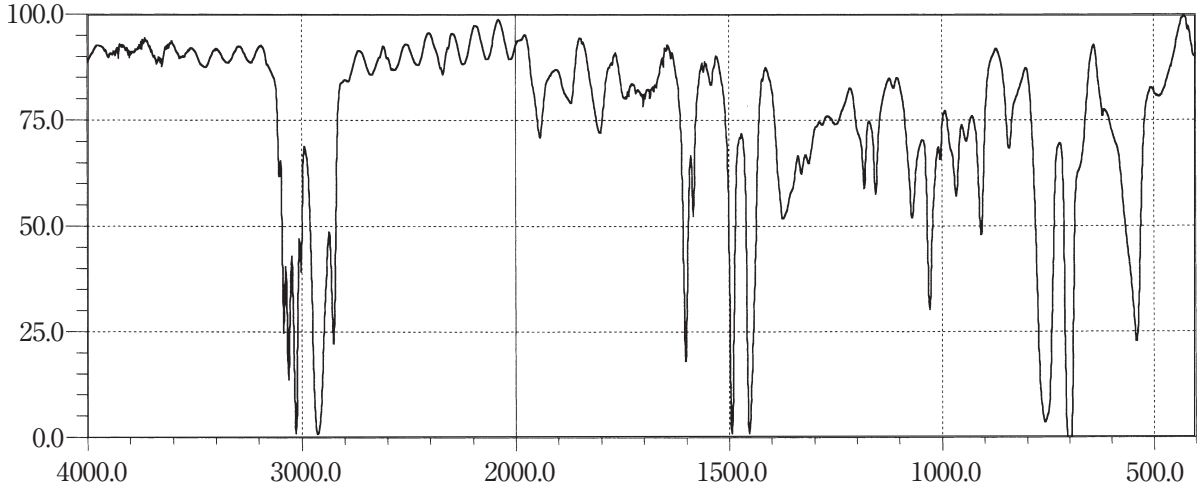
参照赤外吸収スペクトル

参照赤外吸収スペクトル

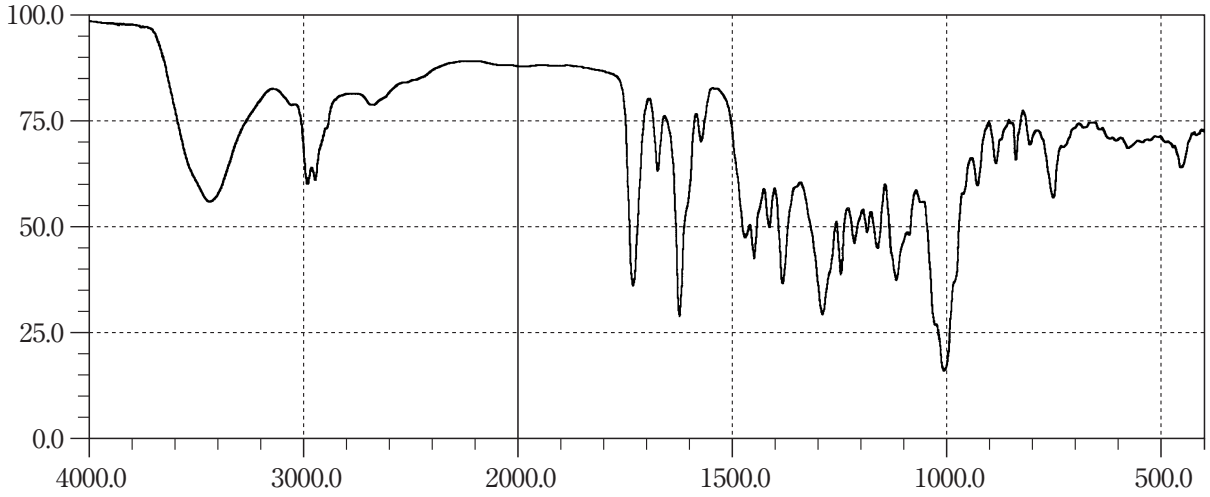
ここに掲げる参照スペクトルは，フーリエ変換形赤外分光光度計を用い，医薬品各条に規定する方法により測定を行ったものである．

横軸に波数（cm^{-1}），縦軸に透過率（%）をとり図示する．なお，参考に試料と同様の条件で測定したポリスチレン膜のスペクトルを示す．

ポリスチレン

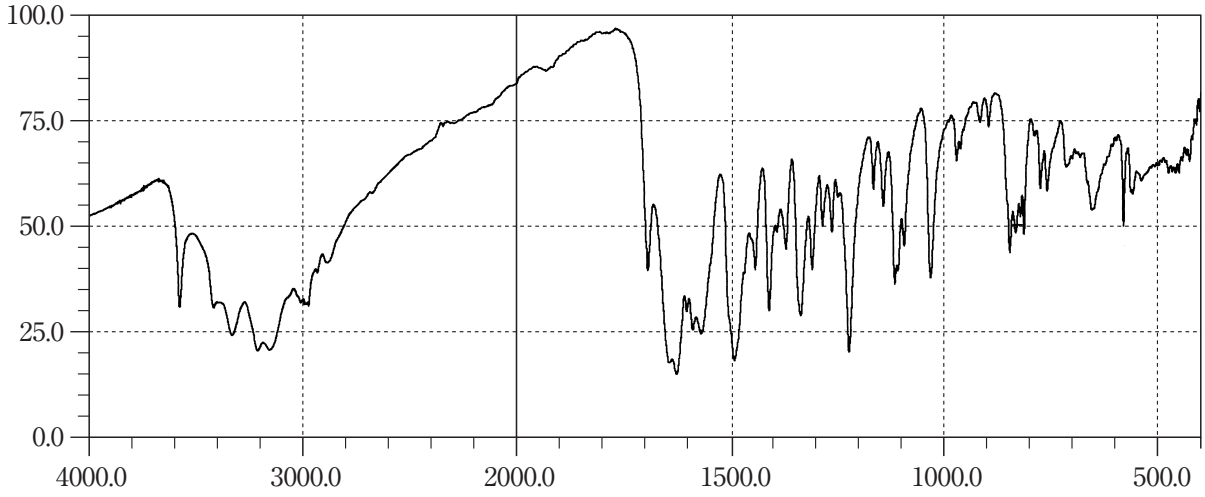


アクラルビシン塩酸塩



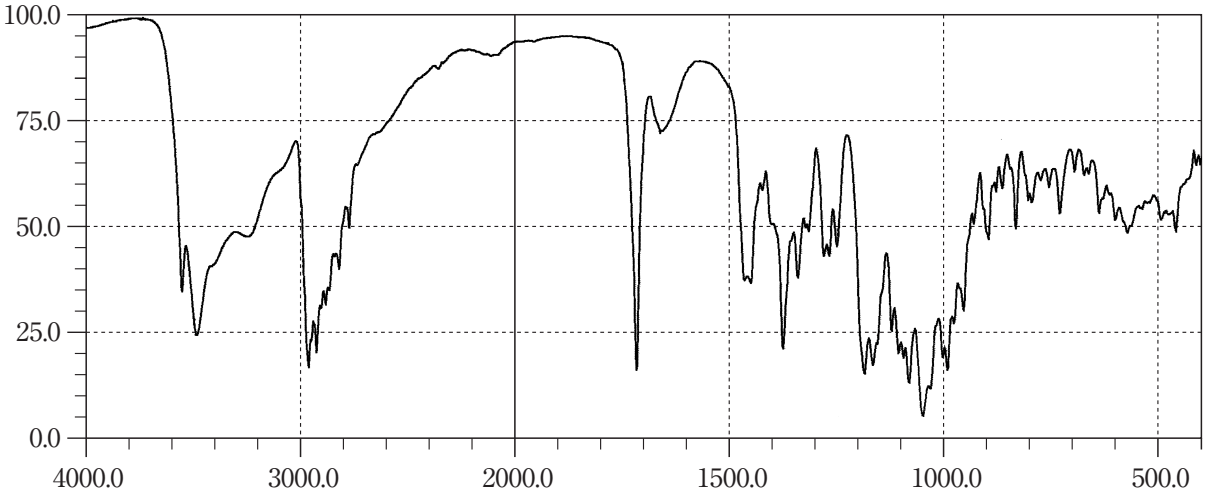
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アクリノール水和物



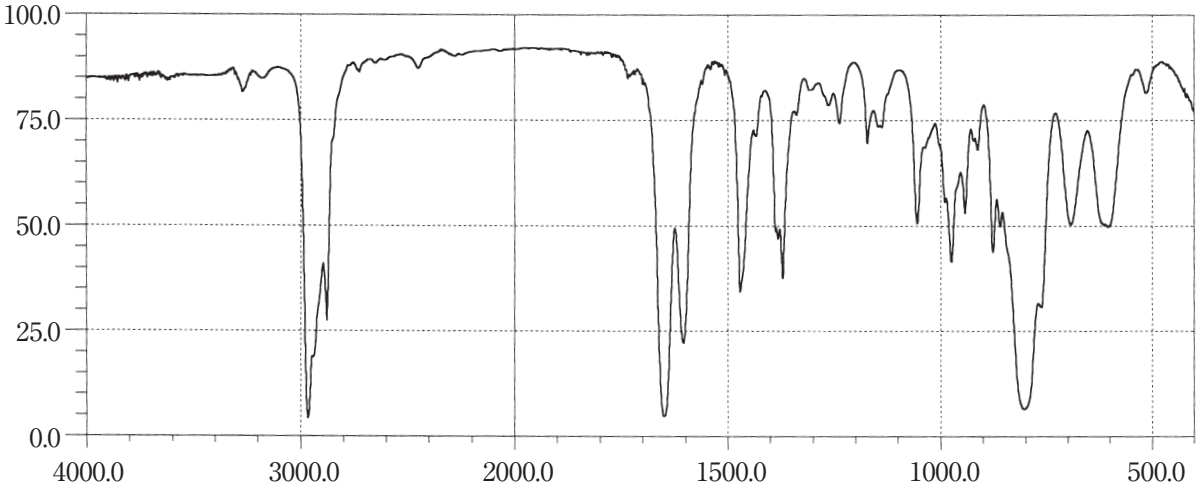
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アジスロマイシン水和物



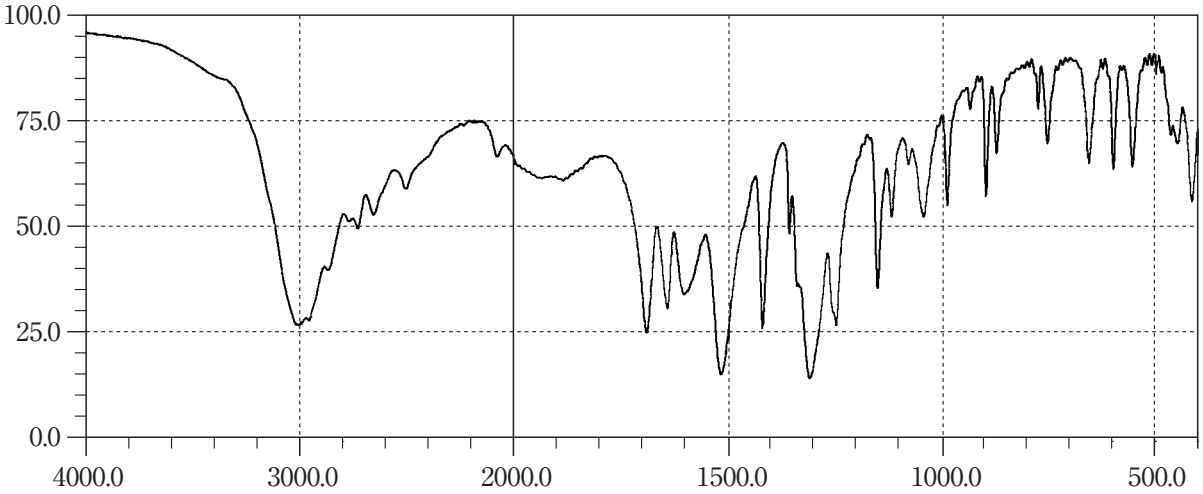
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

亜硝酸アミル



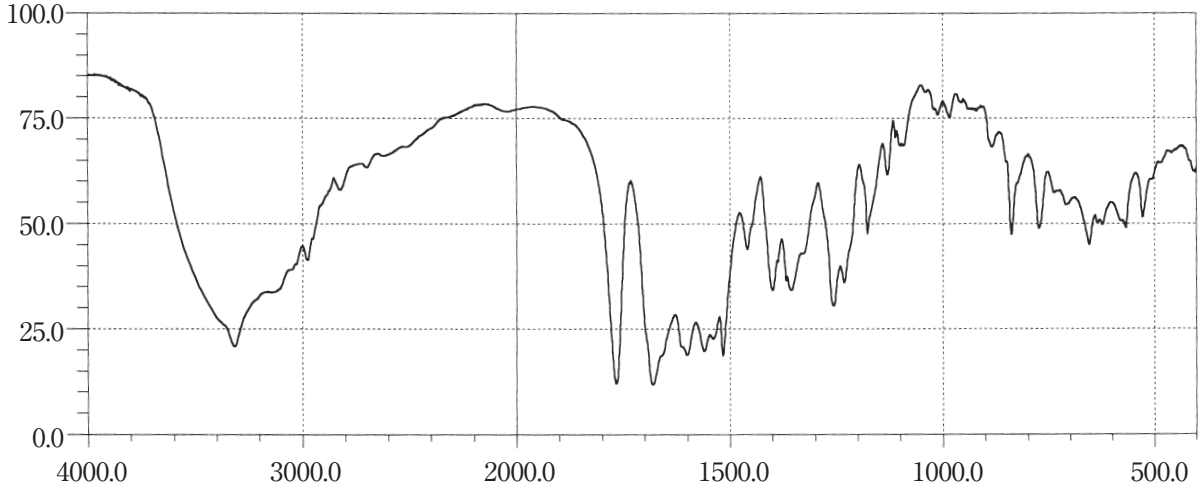
試料調製法：液膜法

L-アスパラギン酸



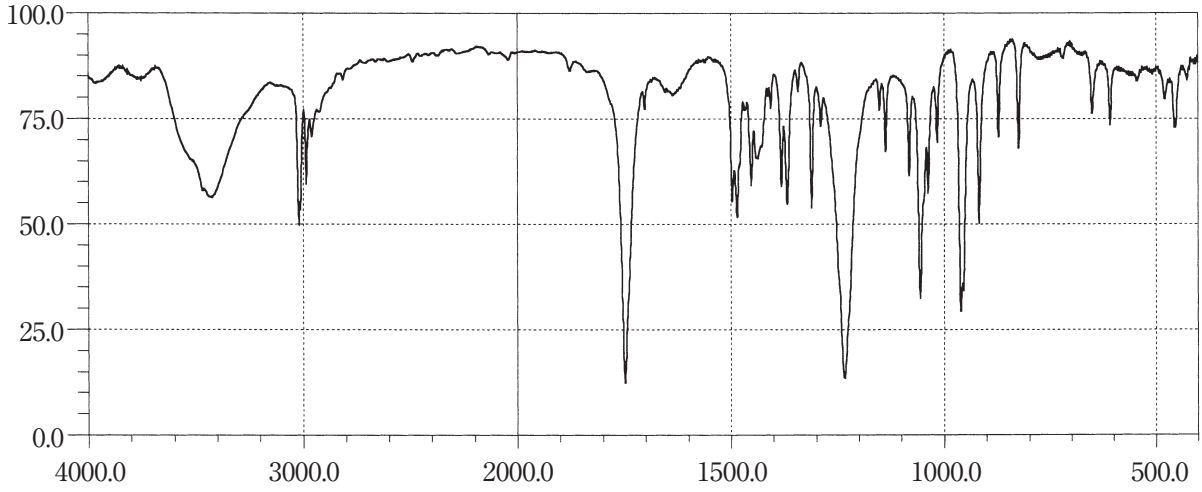
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アスポキシシリン水和物



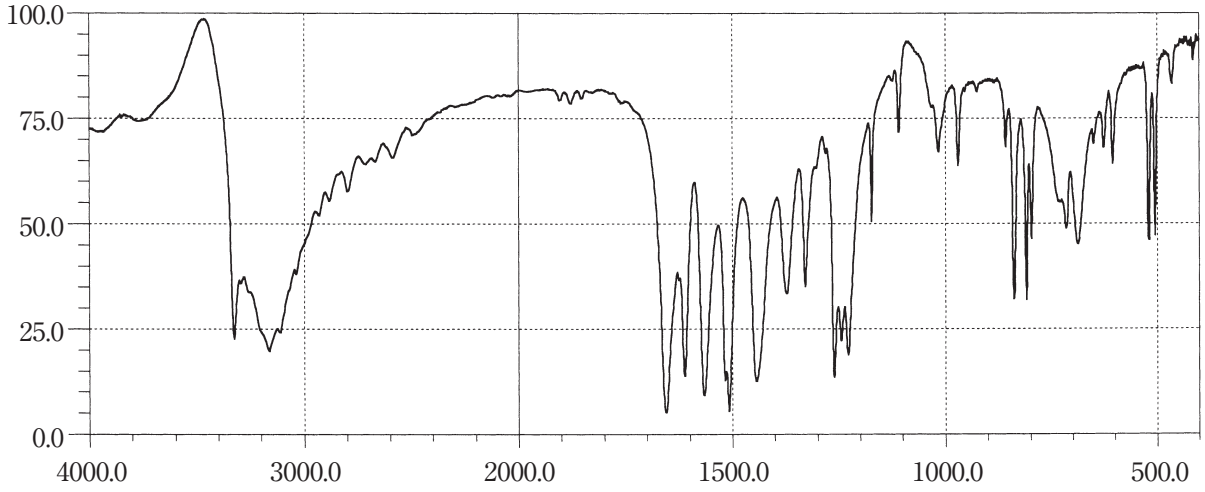
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

注射用アセチルコリン塩化物



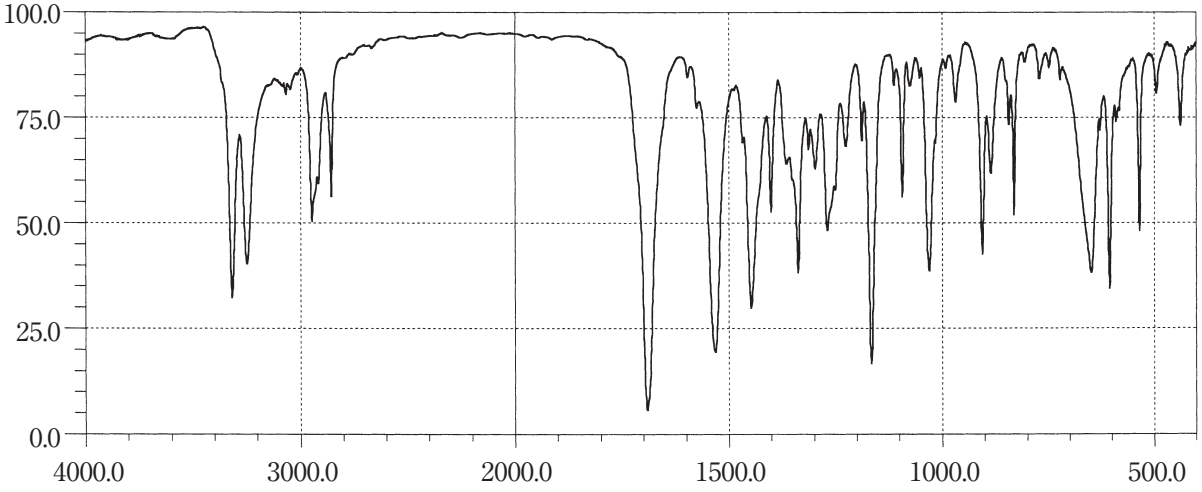
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アセトアミノフェン



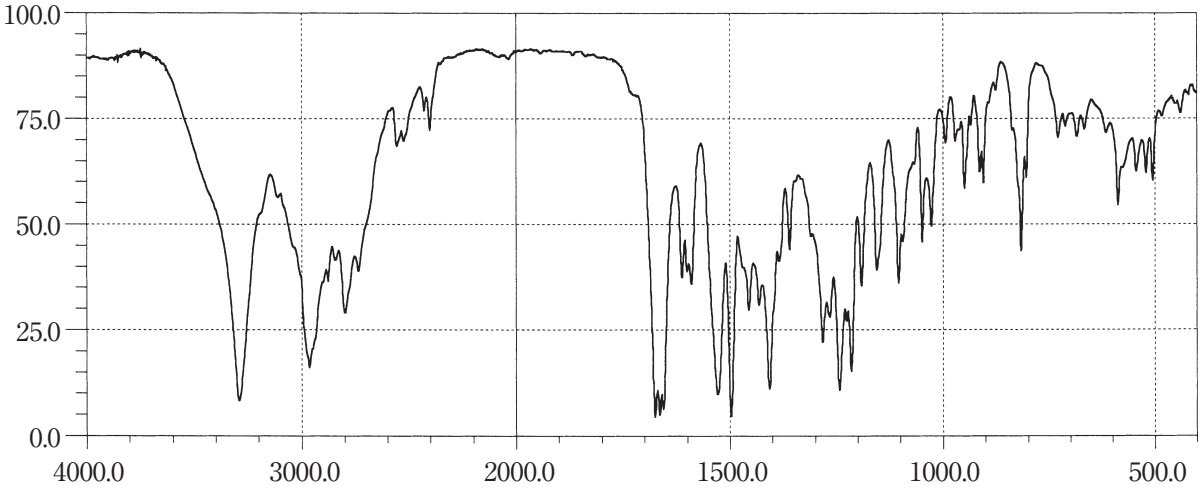
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アセトヘキサミド



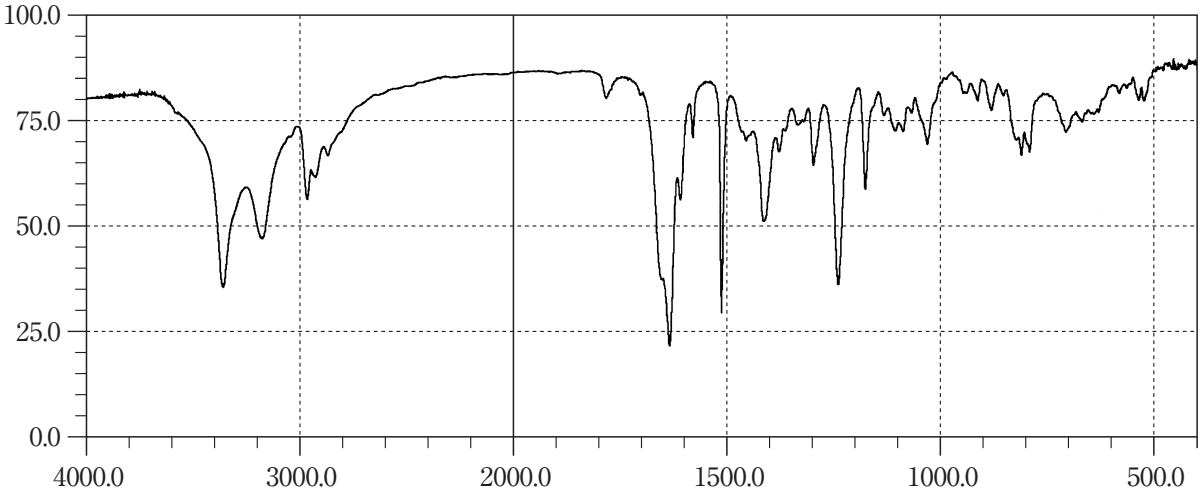
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アセブトロール塩酸塩



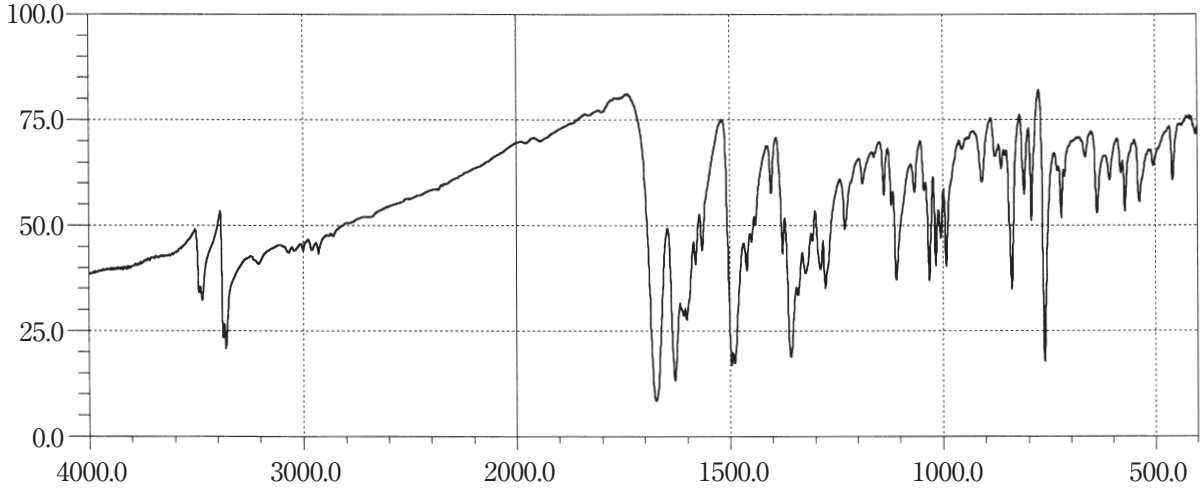
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アテノロール



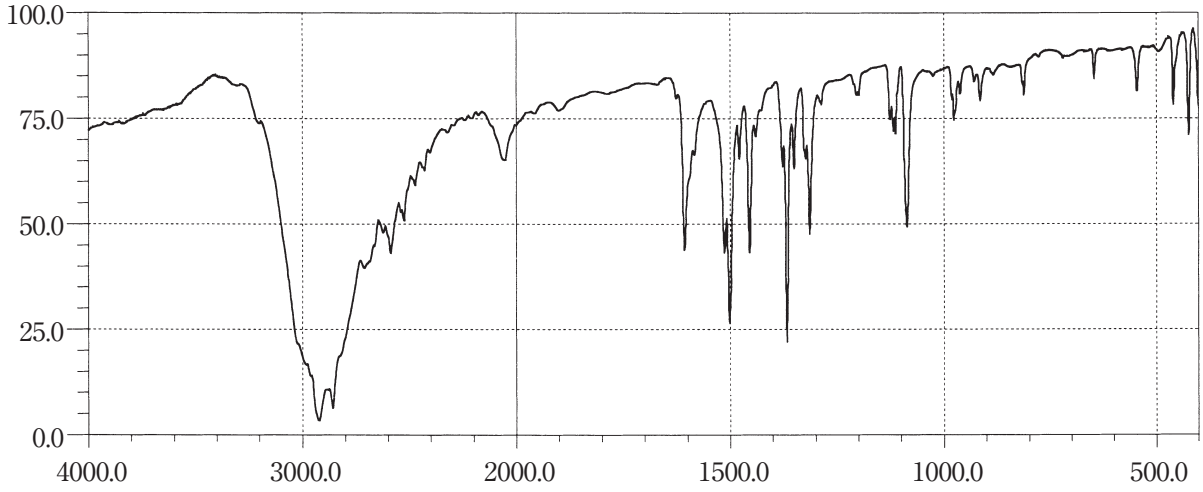
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アフロクアロン



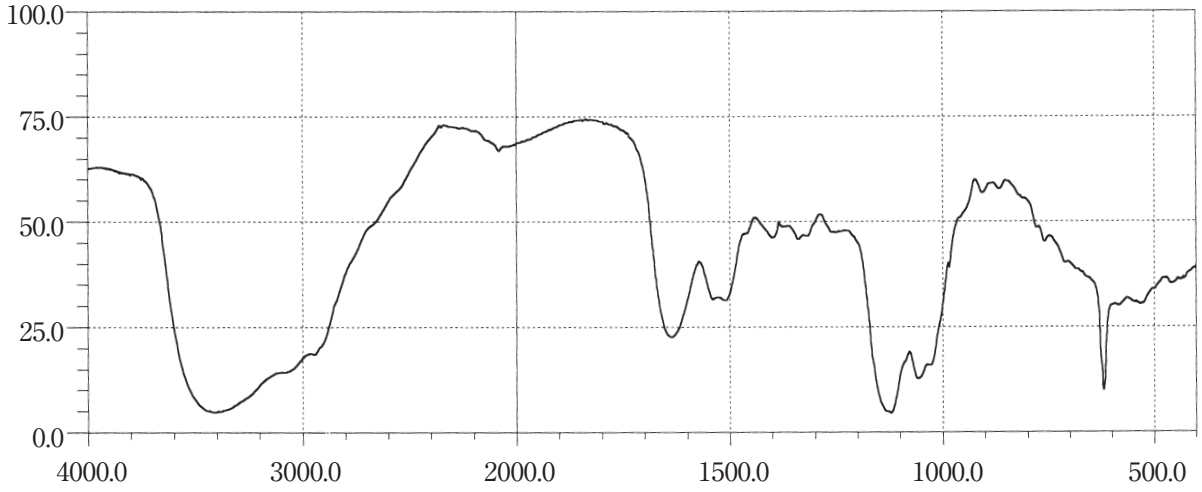
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アマンタジン塩酸塩



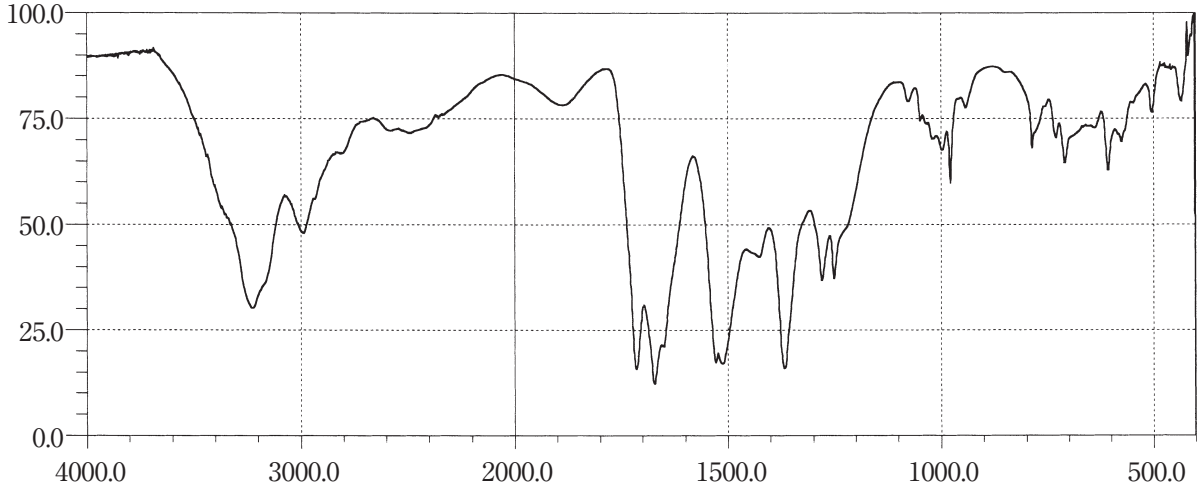
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

アミカシン硫酸塩



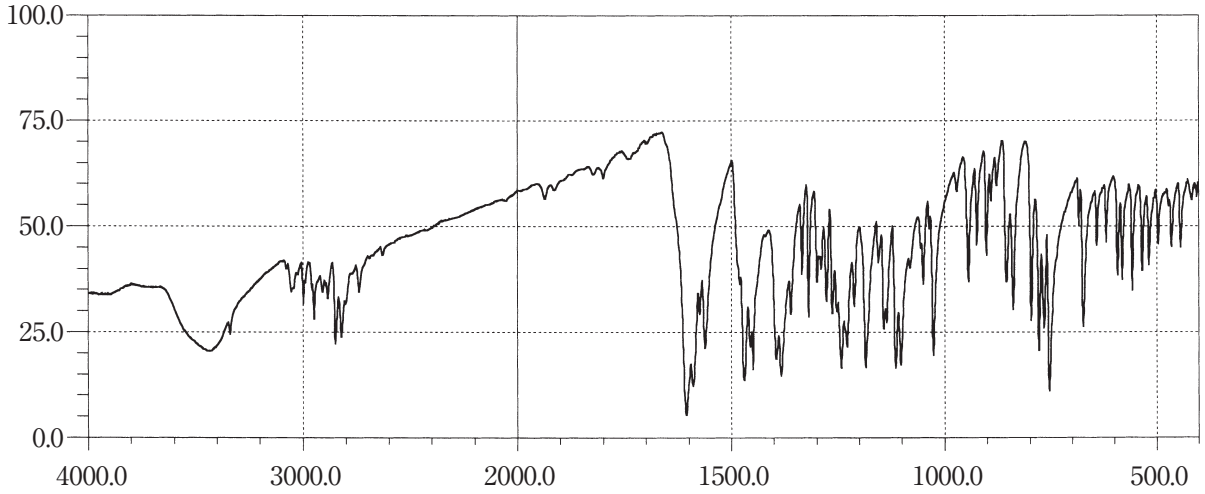
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アミドトリゾ酸



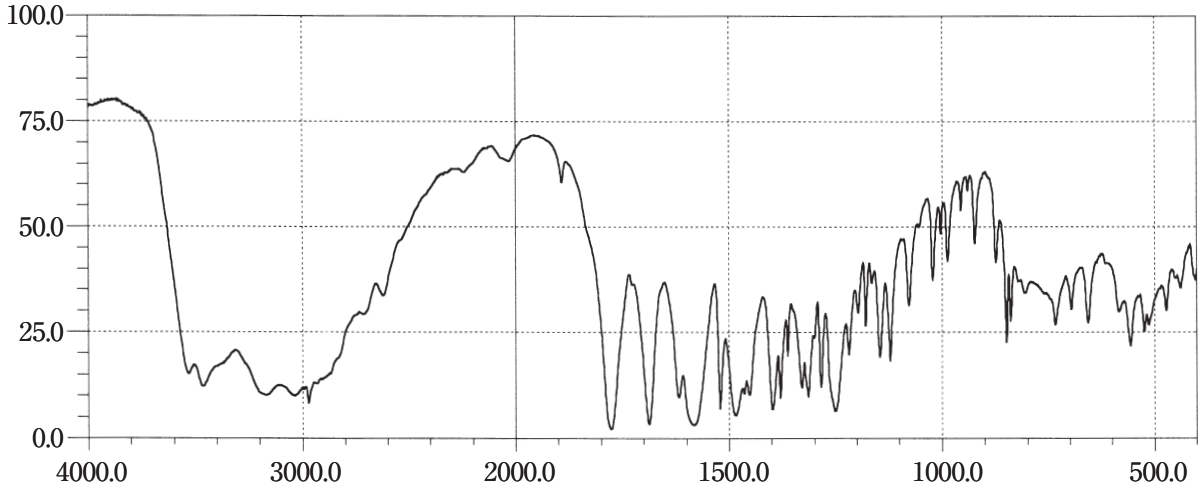
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アモキサピン



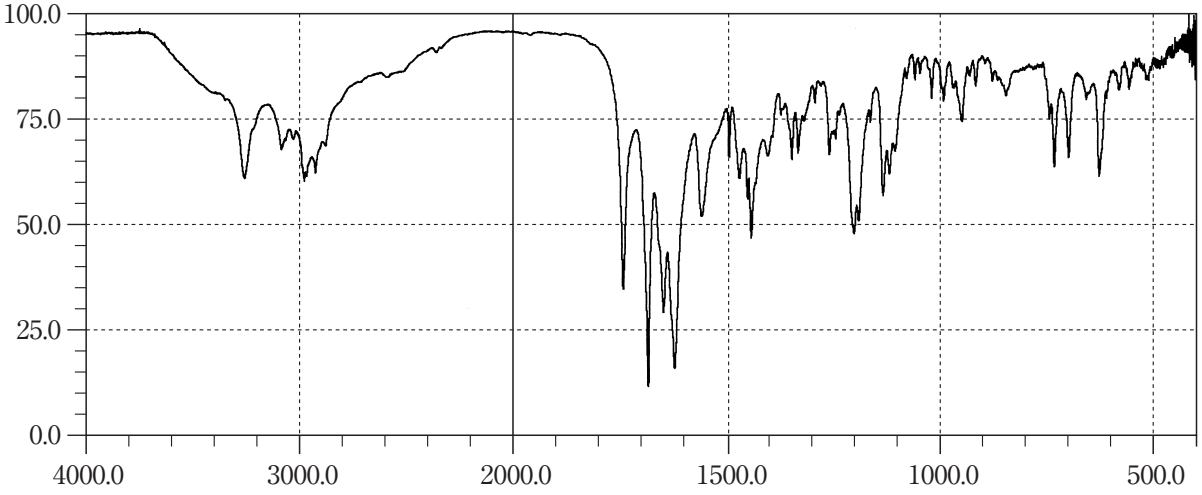
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アモキシシリン水和物



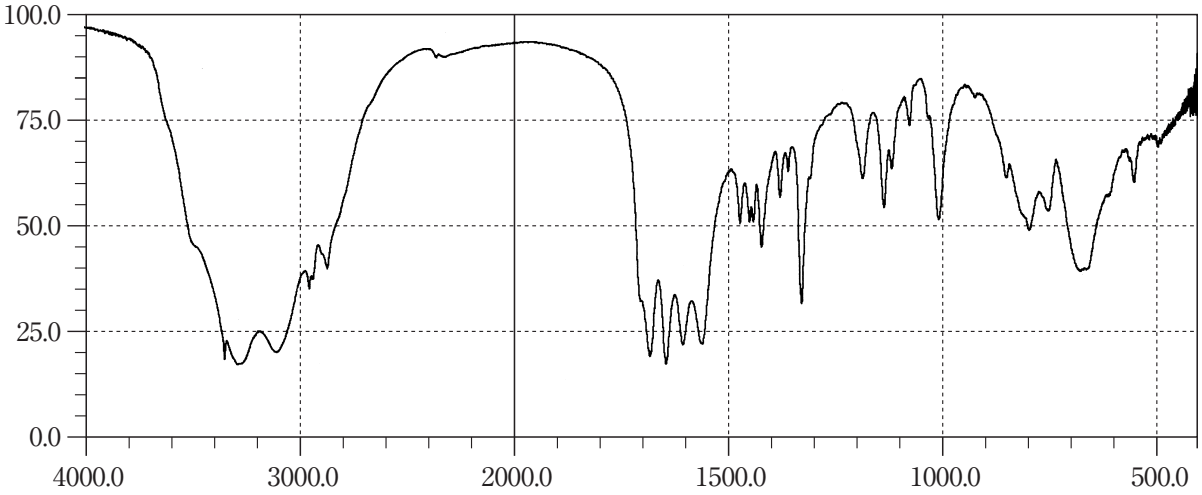
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アラセプリル



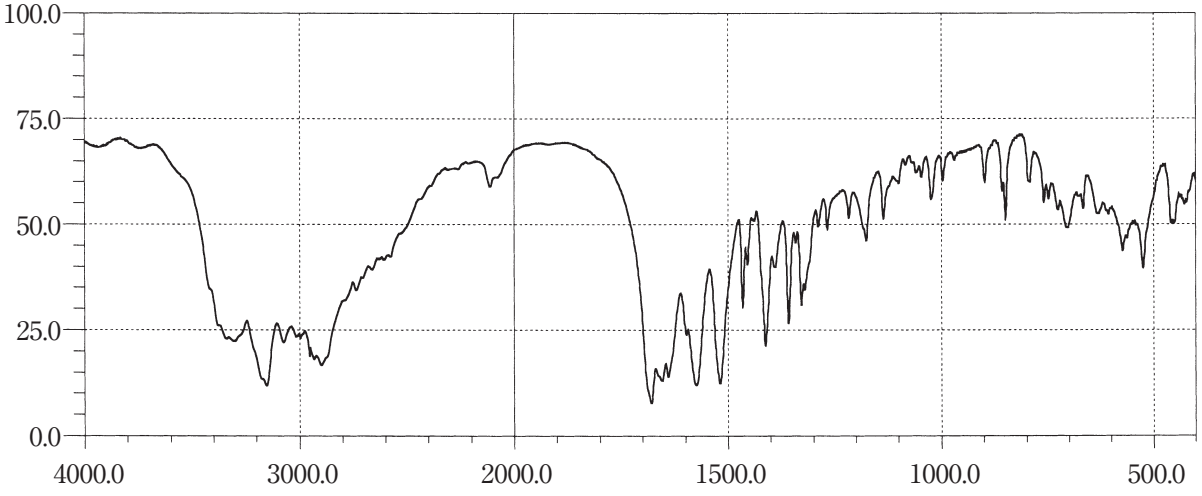
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-アルギニン



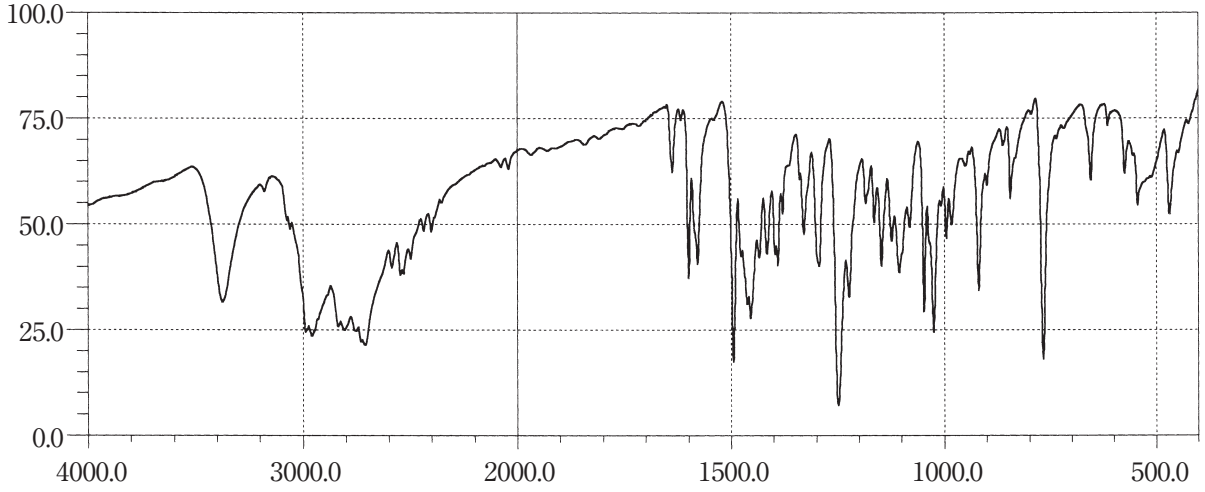
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-アルギニン塩酸塩



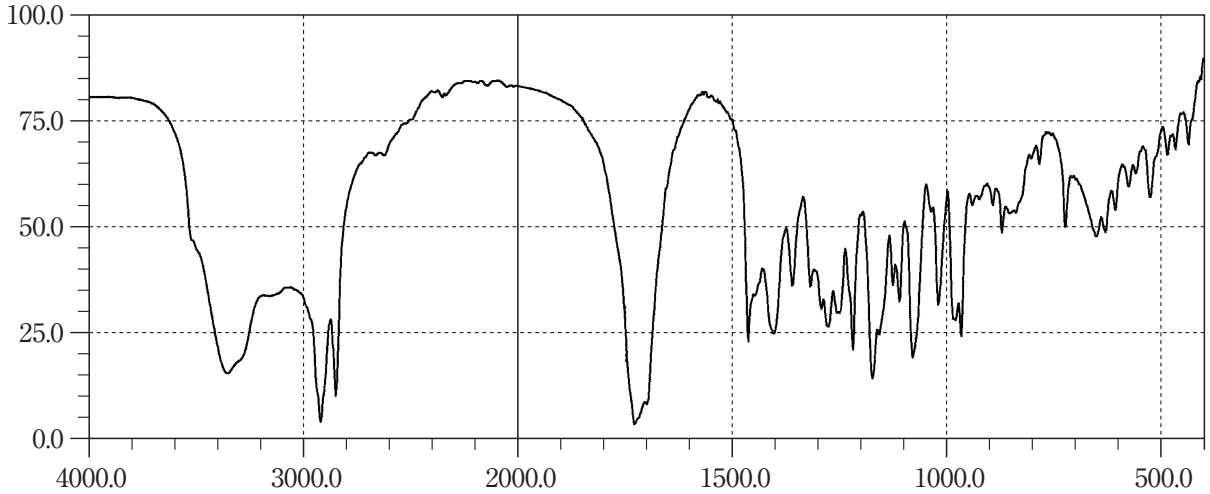
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アルプレノロール塩酸塩



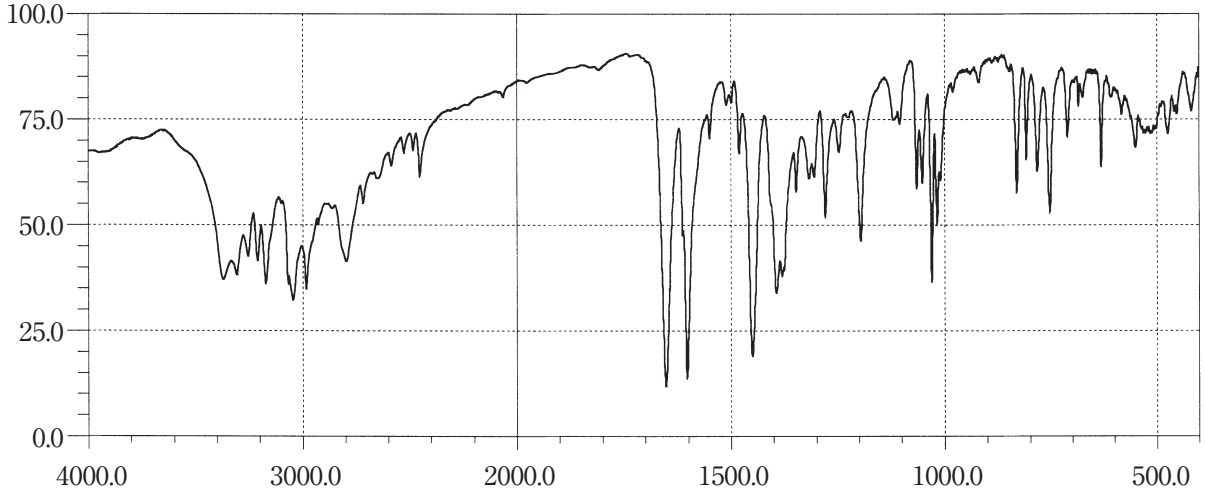
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

アルプロスタジル



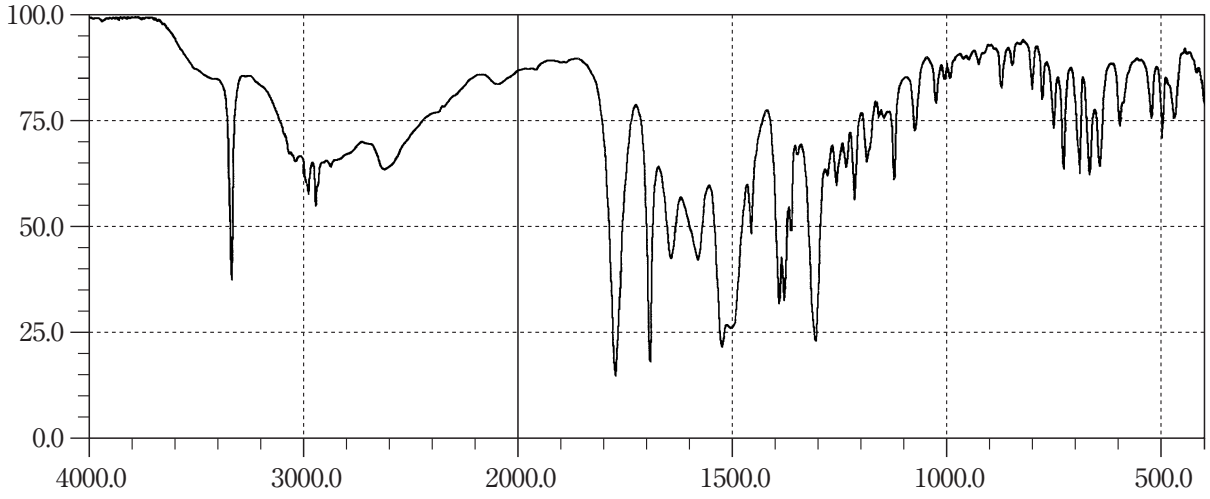
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アロチノロール塩酸塩



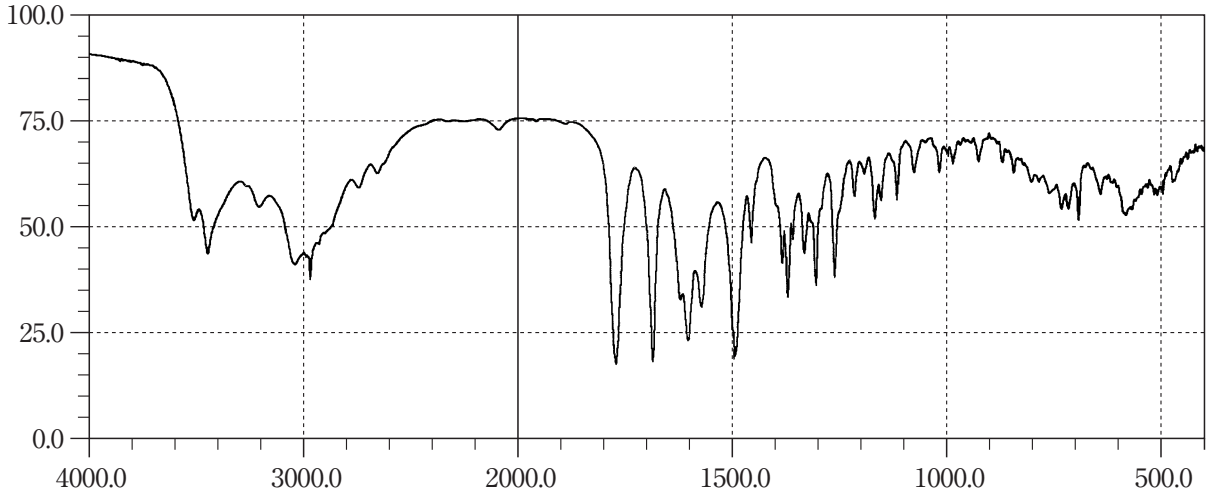
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

無水アンピシリン



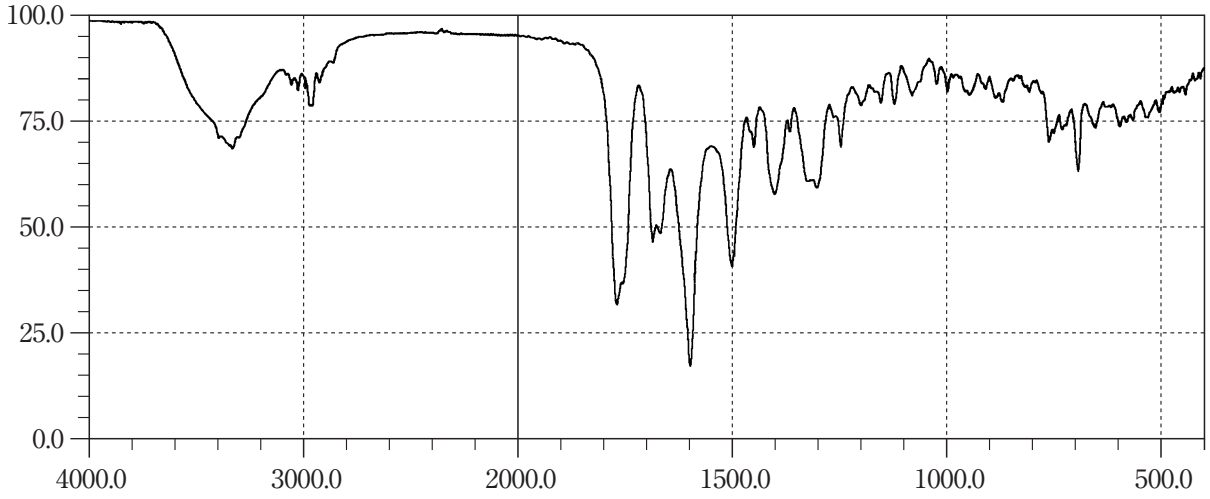
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アンピシリン水和物



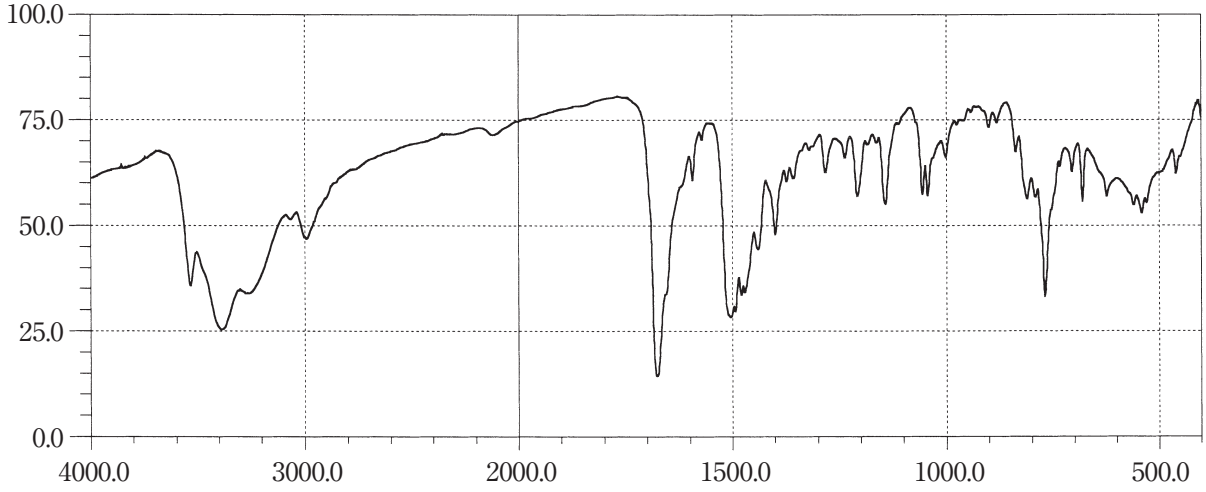
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アンピシリンナトリウム



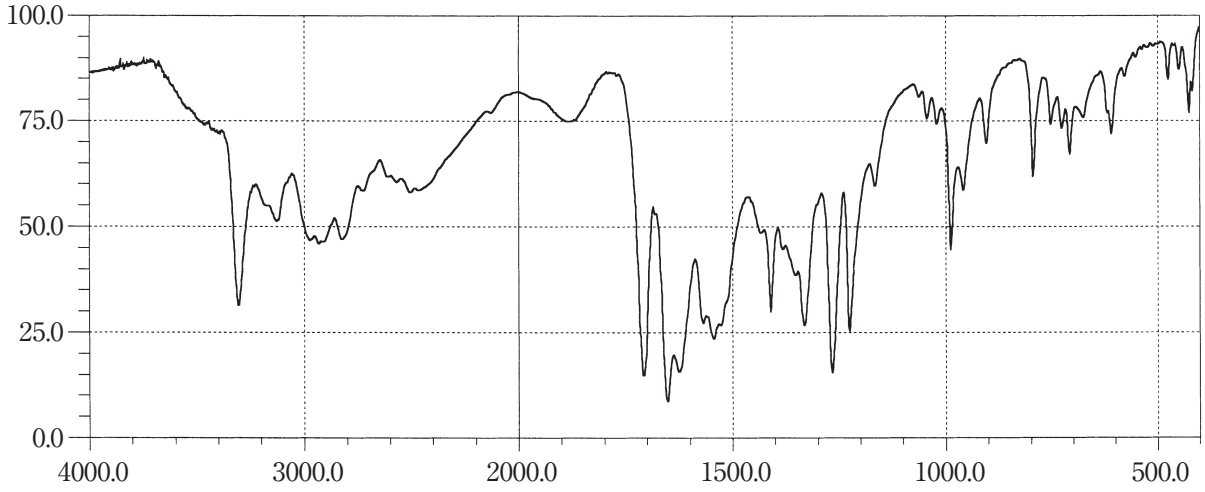
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

アンベノニウム塩化物



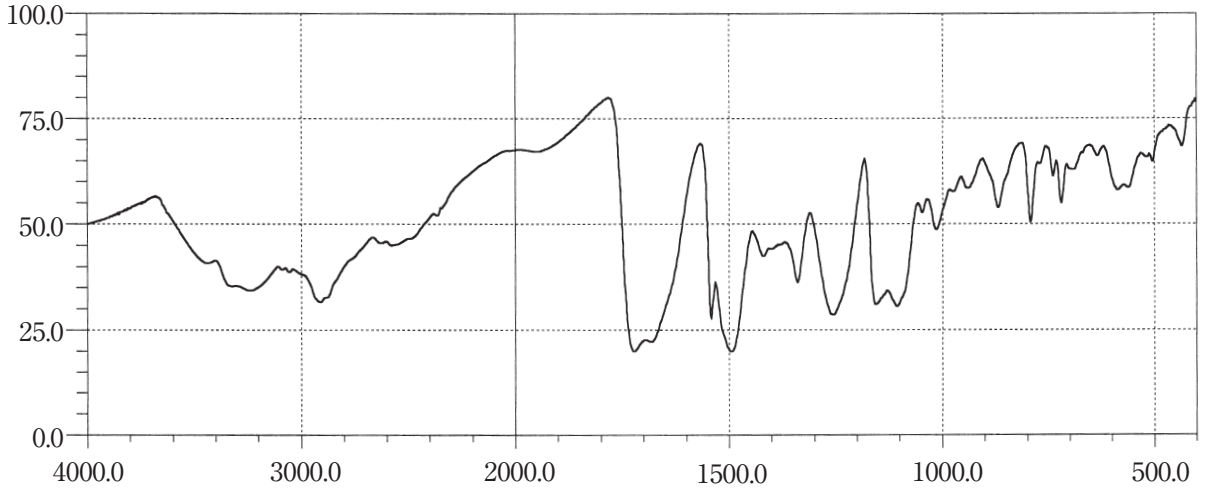
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

イオタラム酸



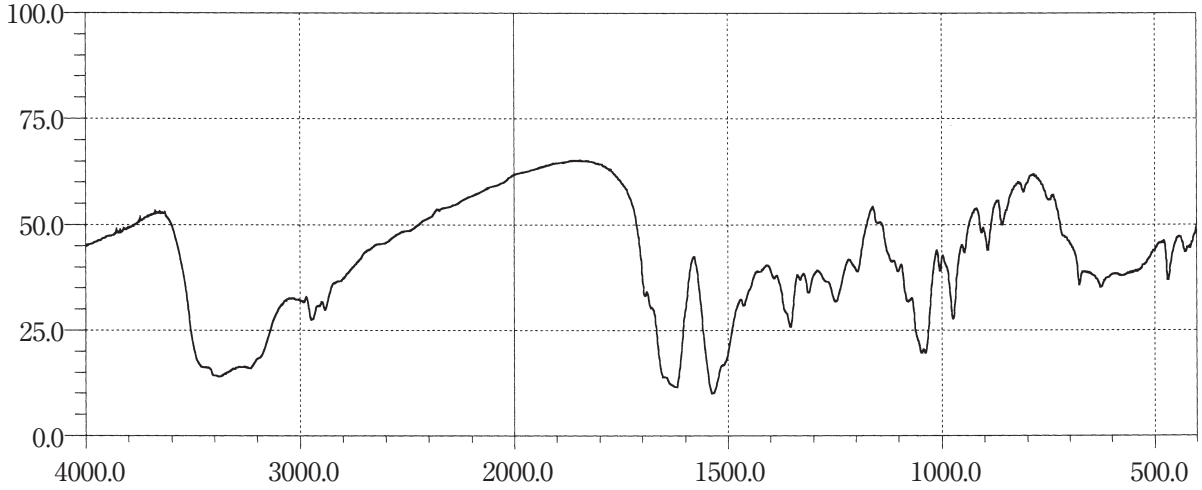
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イオトロクス酸



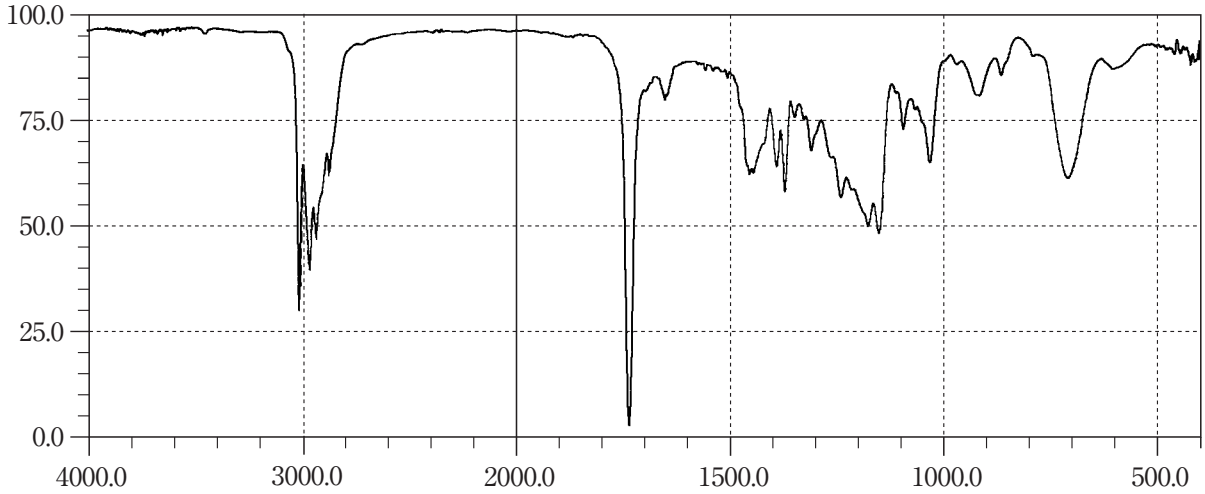
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イオパミドール



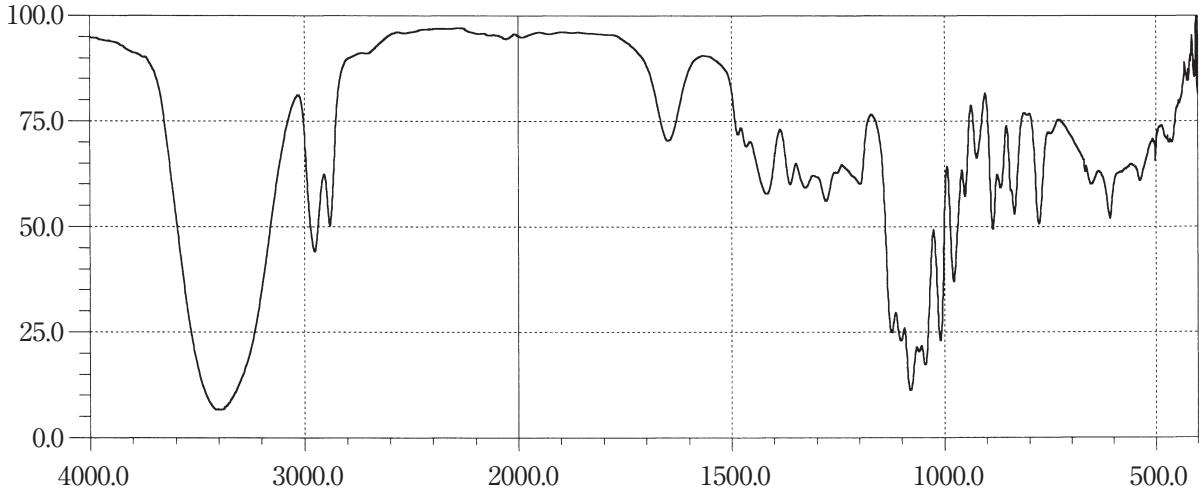
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イコサペント酸エチル



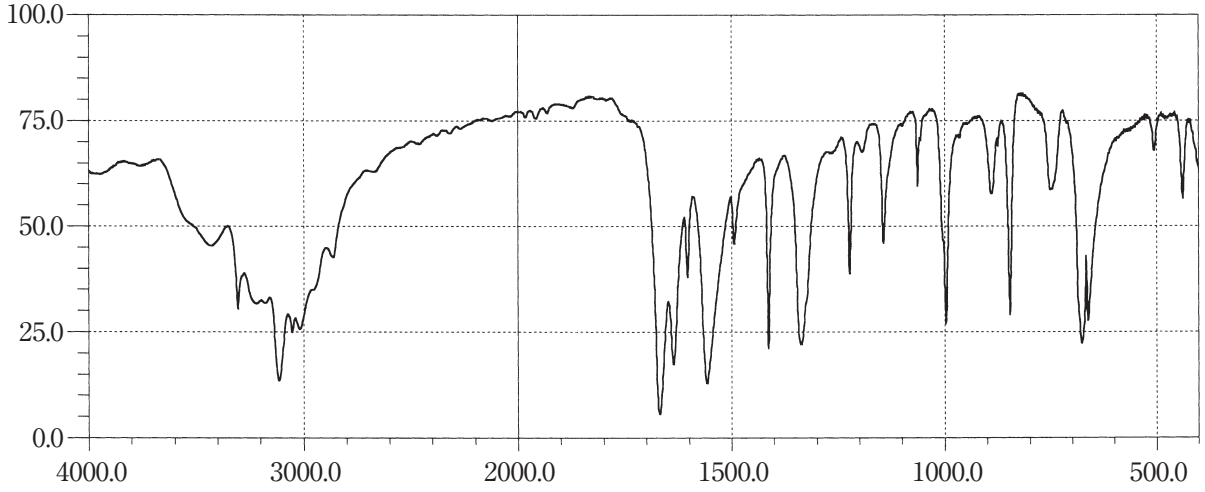
試料調製法：液膜法

イソソルビド



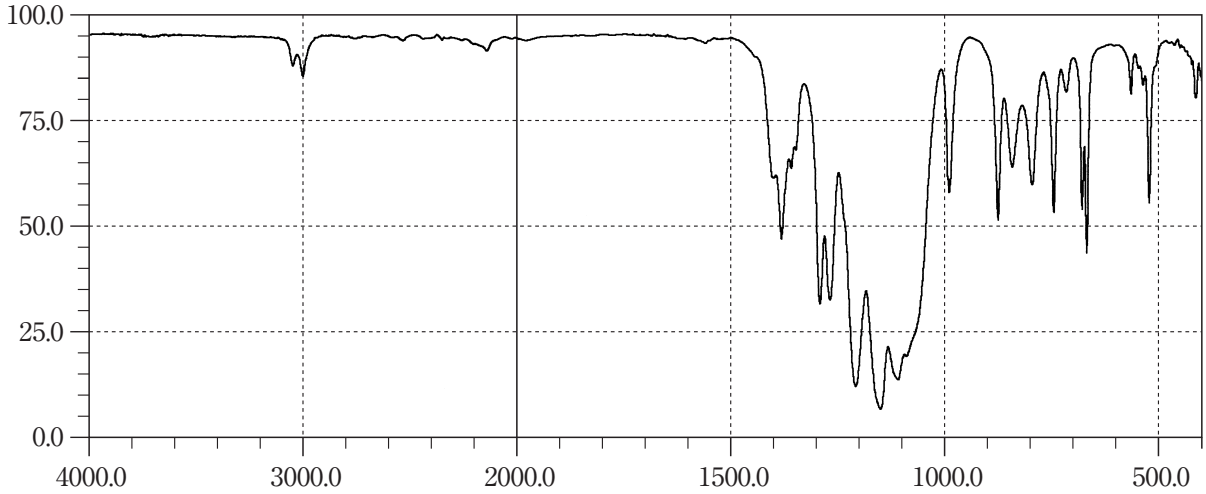
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イソニアジド



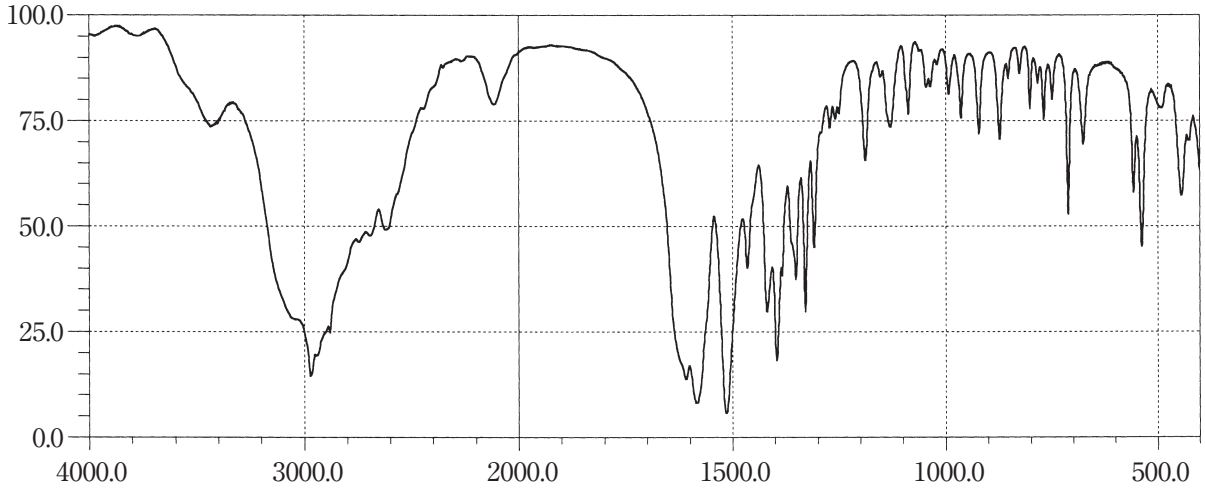
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イソフルラン



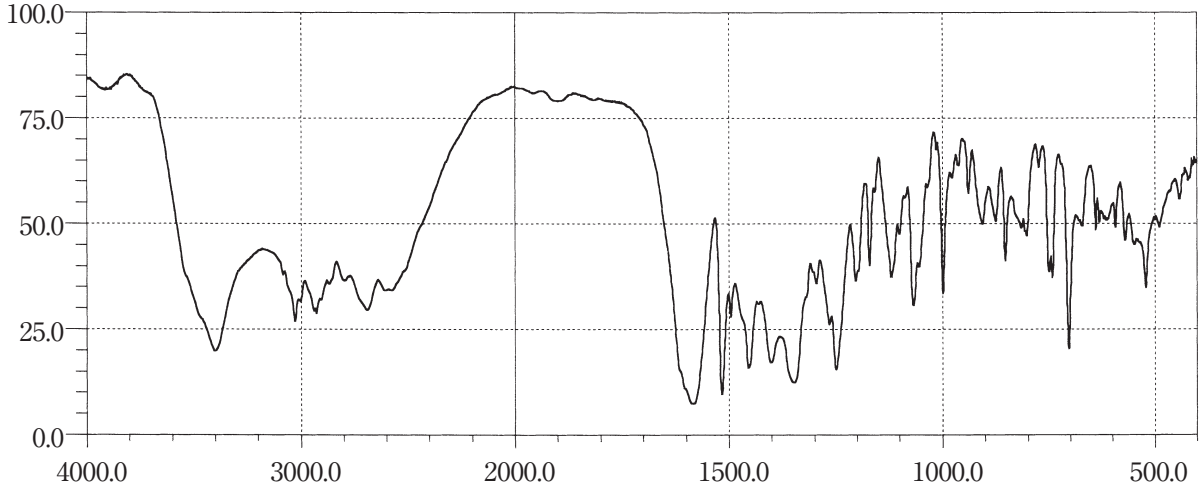
試料調製法：液膜法

L-イソロイシン



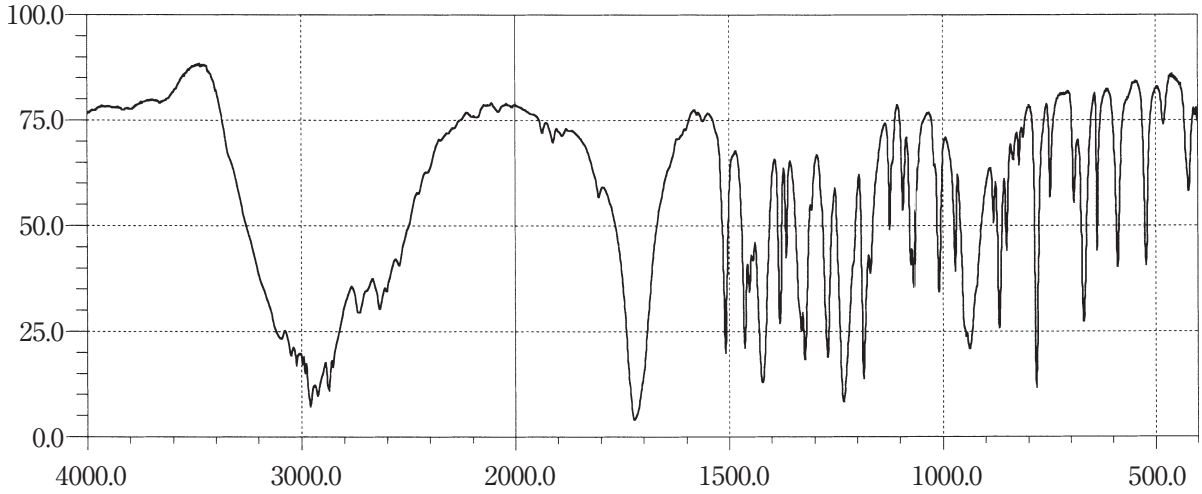
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イフェンプロジル酒石酸塩



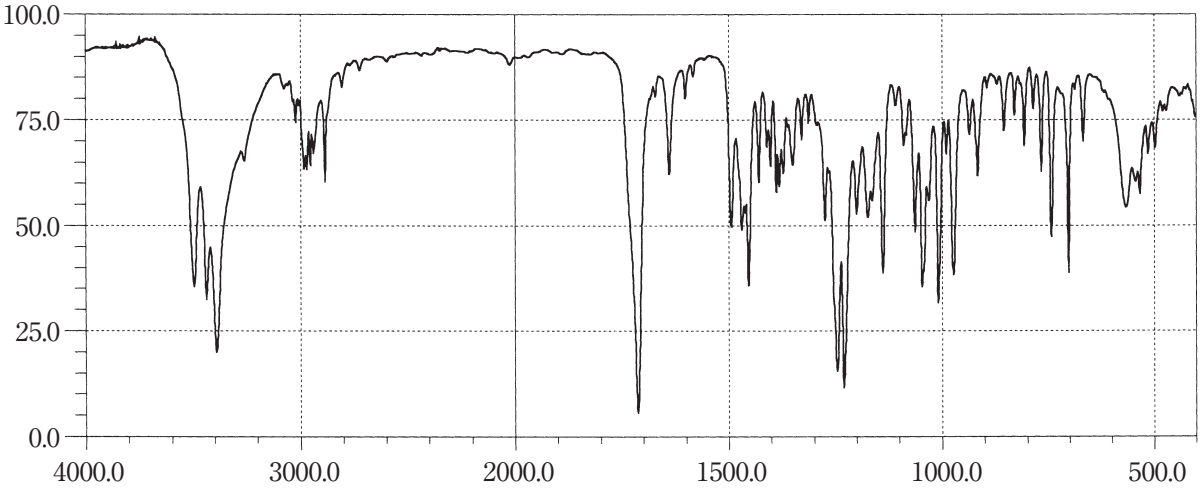
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イブプロフェン



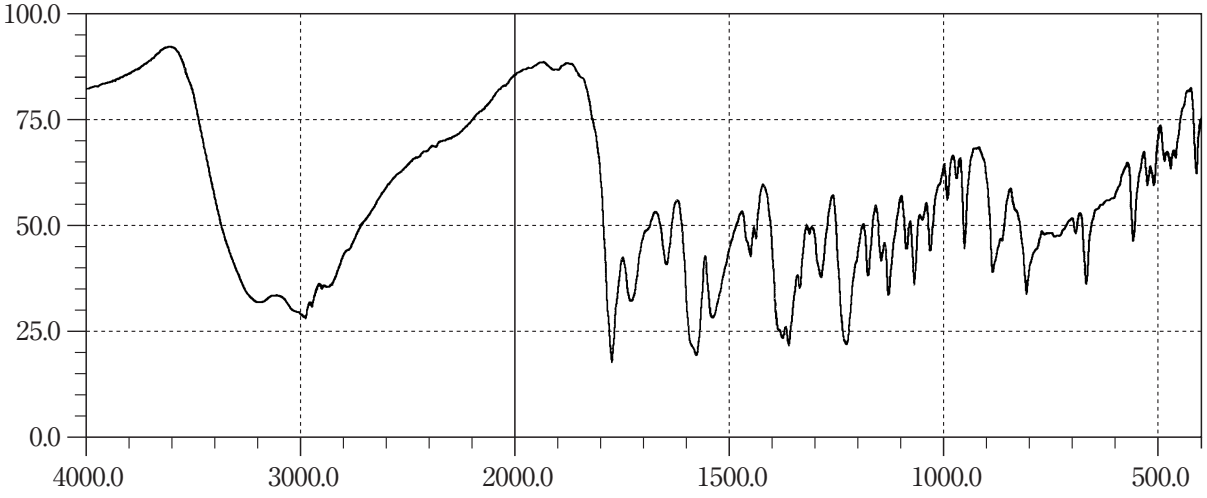
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イプラトロピウム臭化物水和物



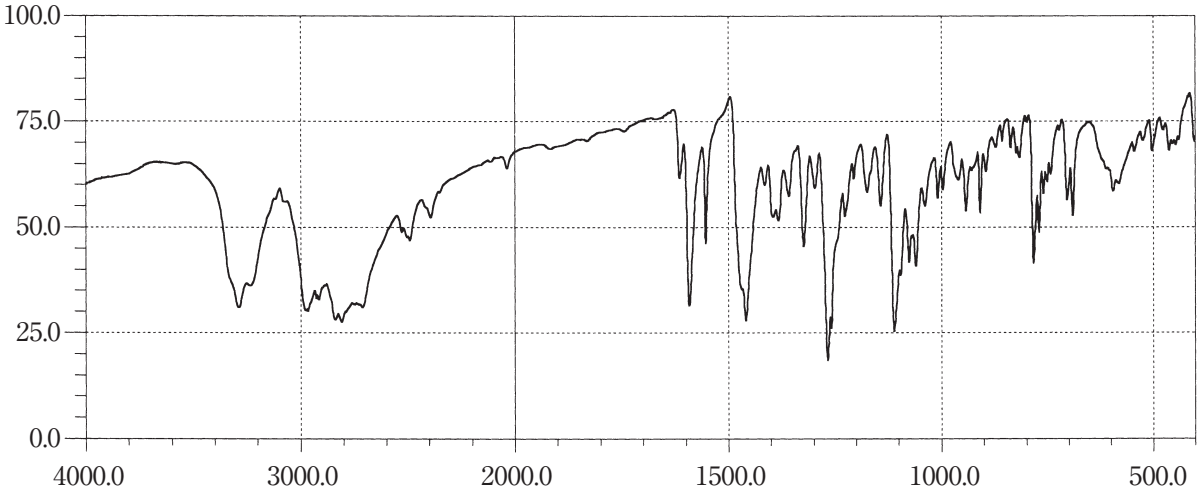
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

イミペネム水和物



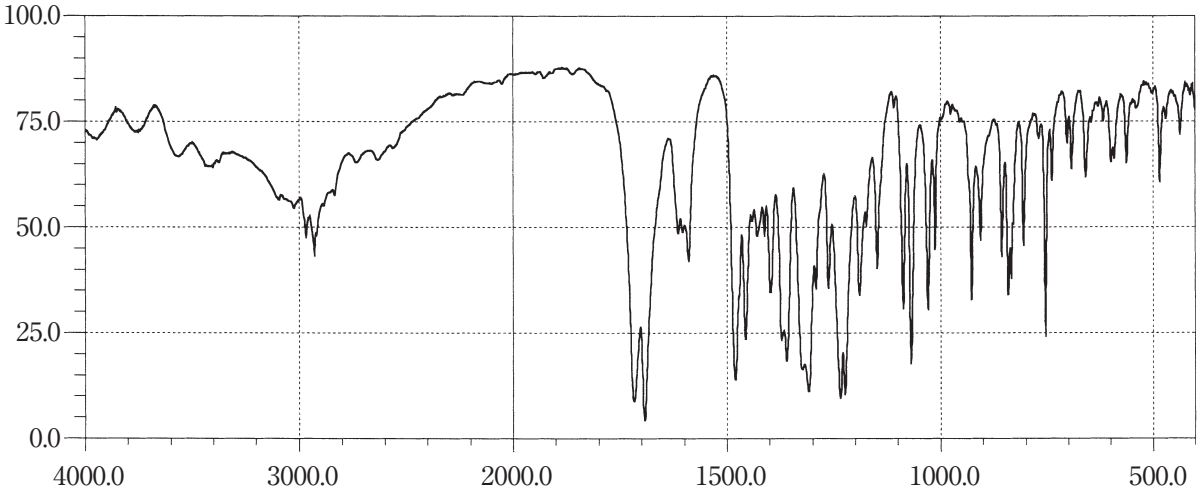
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

インデノロール塩酸塩



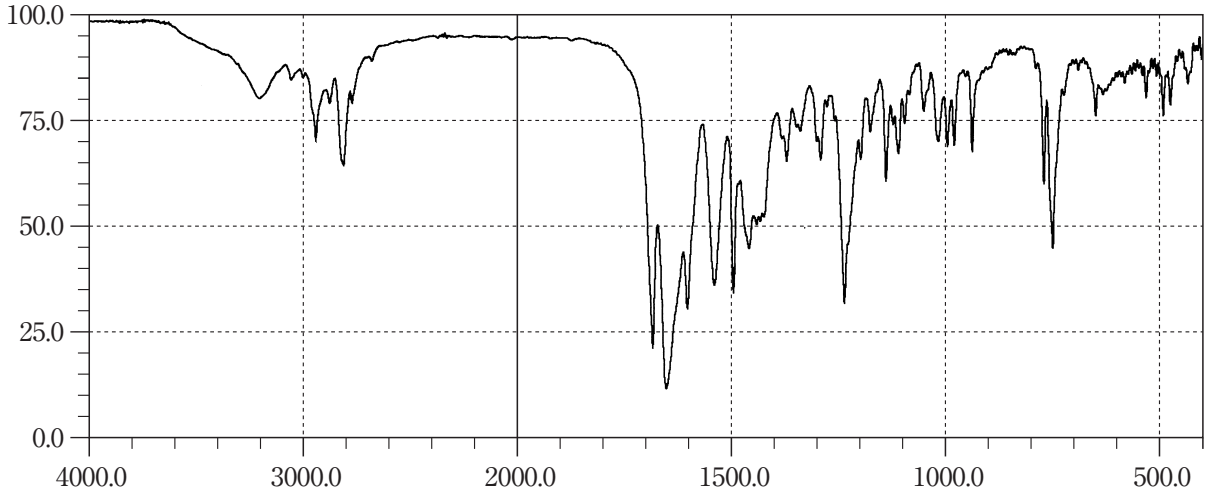
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

インドメタシン



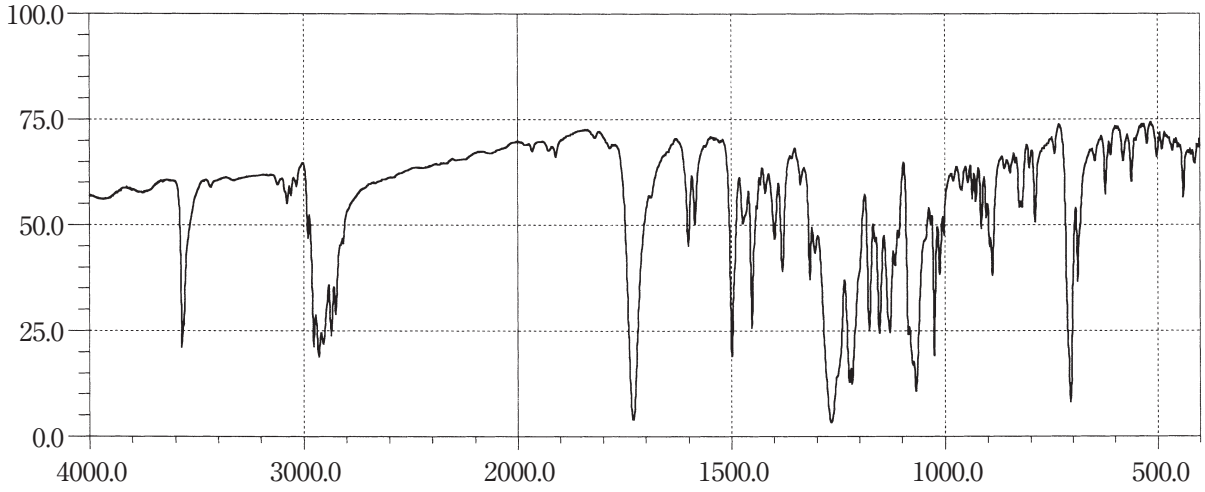
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ウラピジル



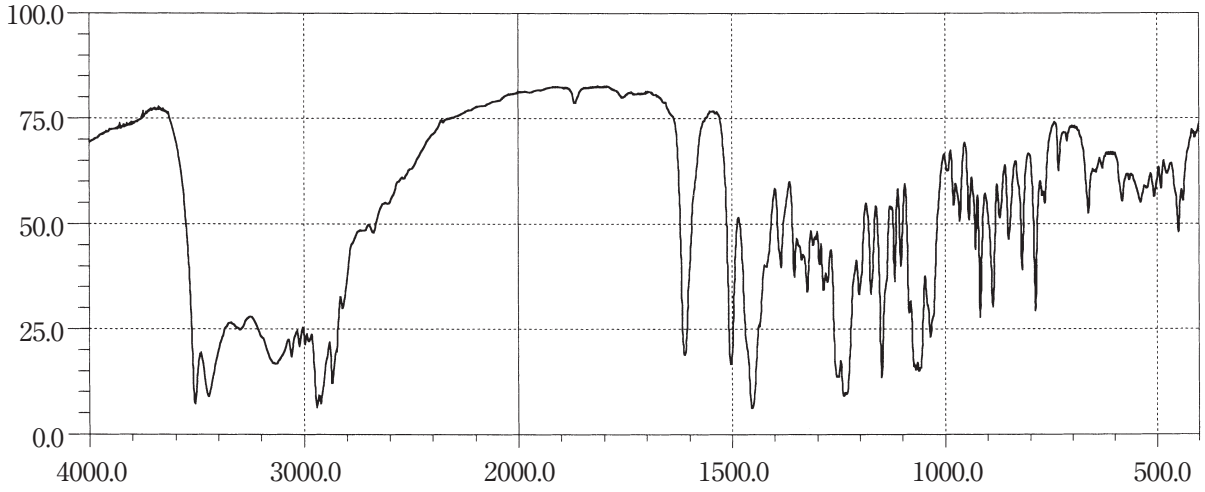
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エストラジオール安息香酸エステル



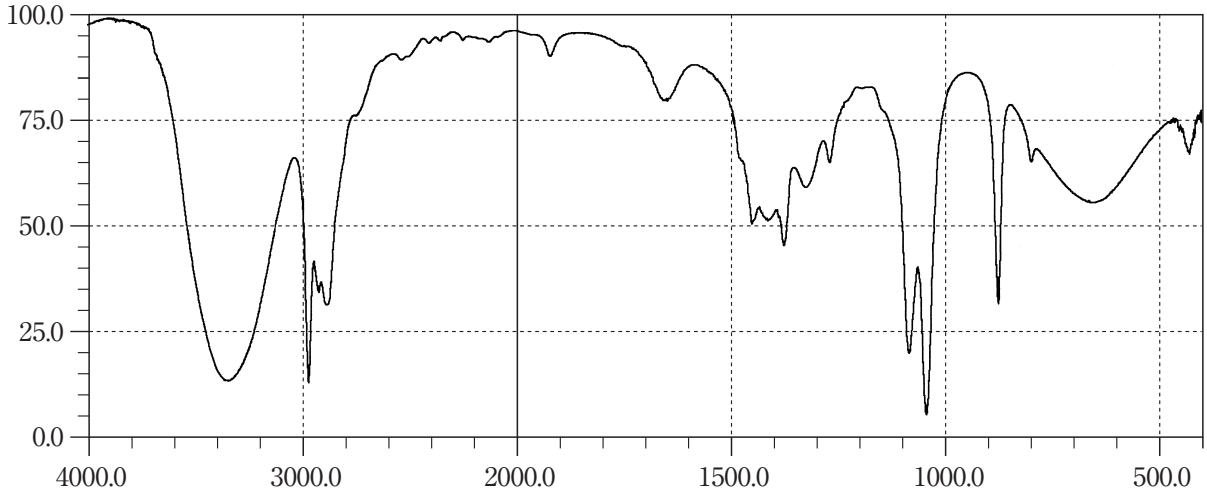
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エストリオール



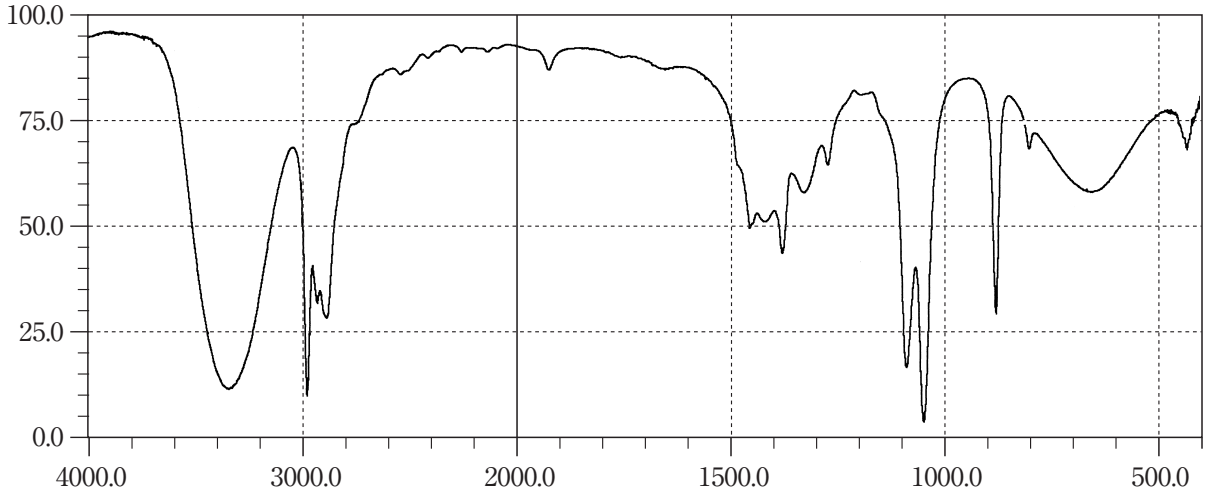
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エタノール



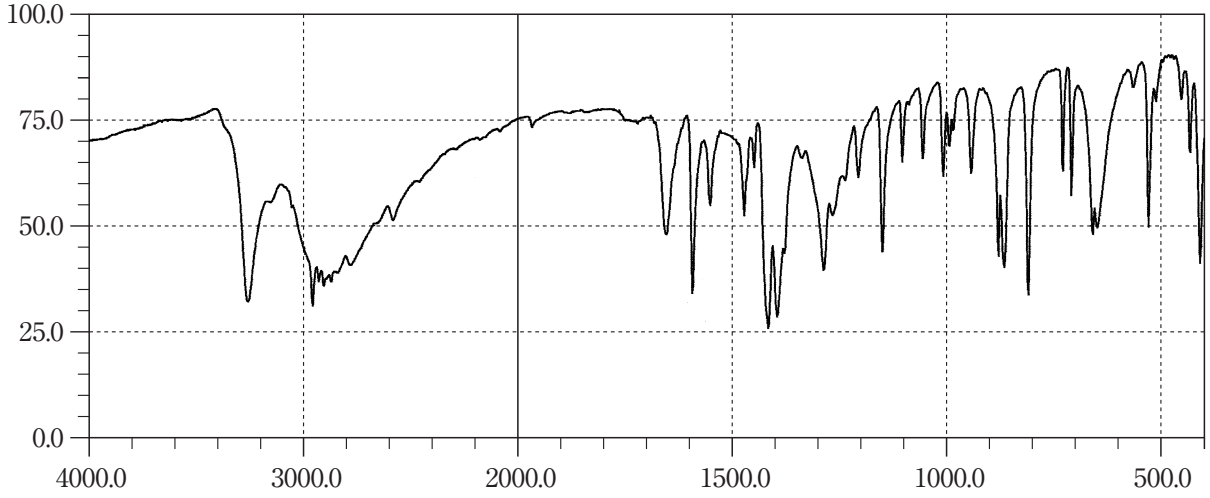
試料調製法：液膜法

無水エタノール



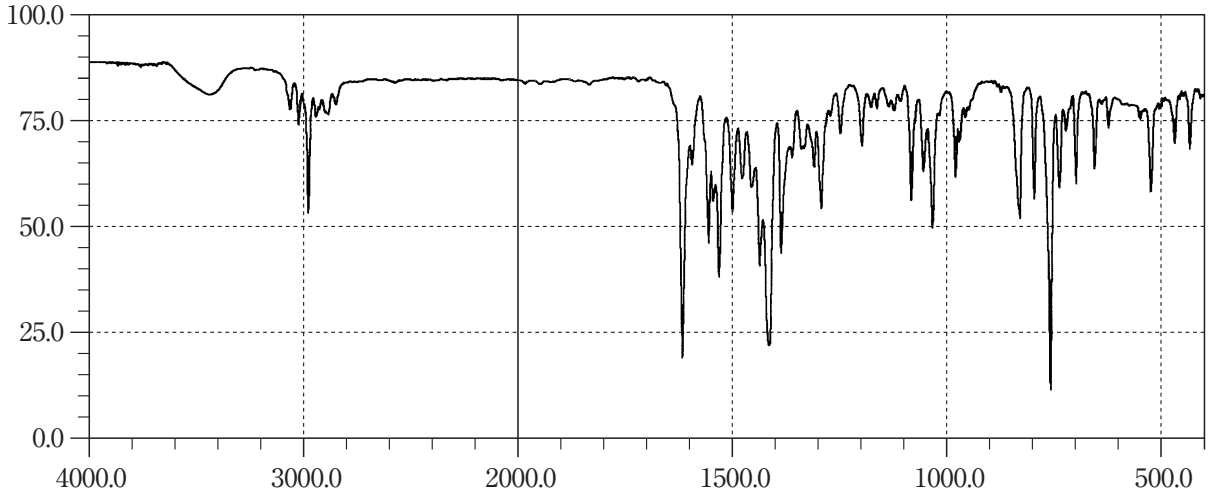
試料調製法：液膜法

エチオナミド



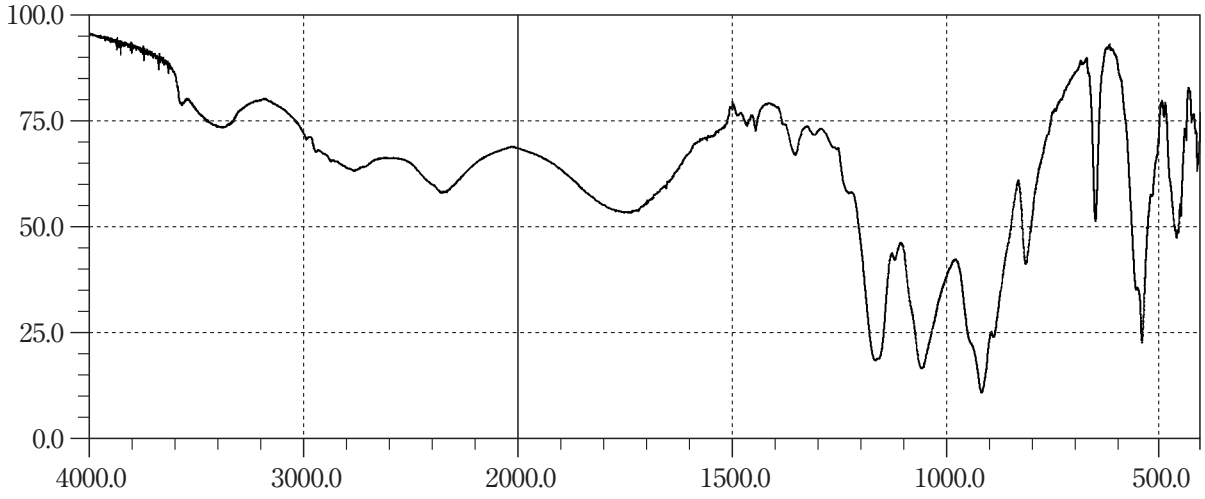
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エチゾラム



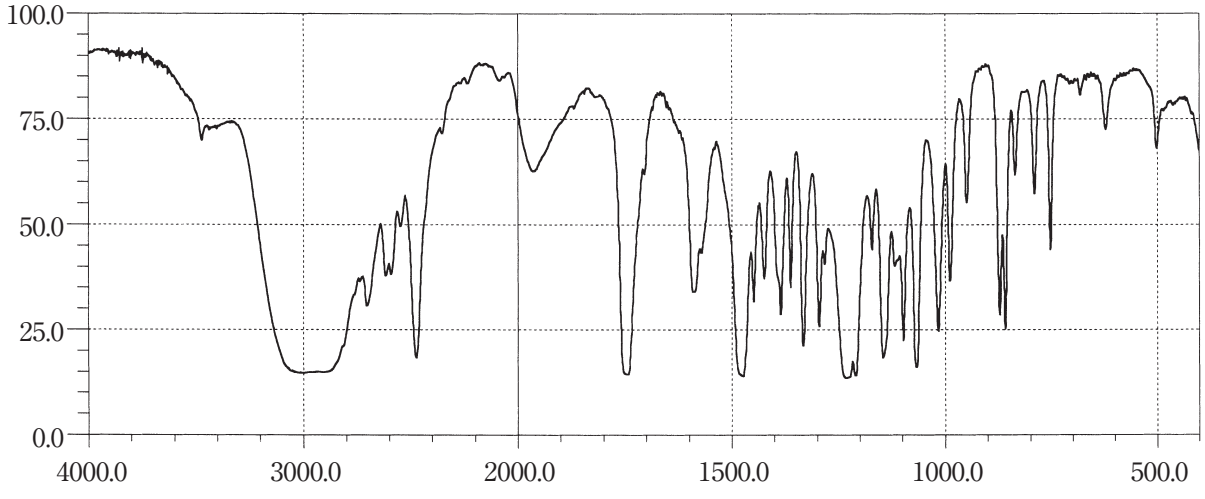
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エチドロン酸二ナトリウム



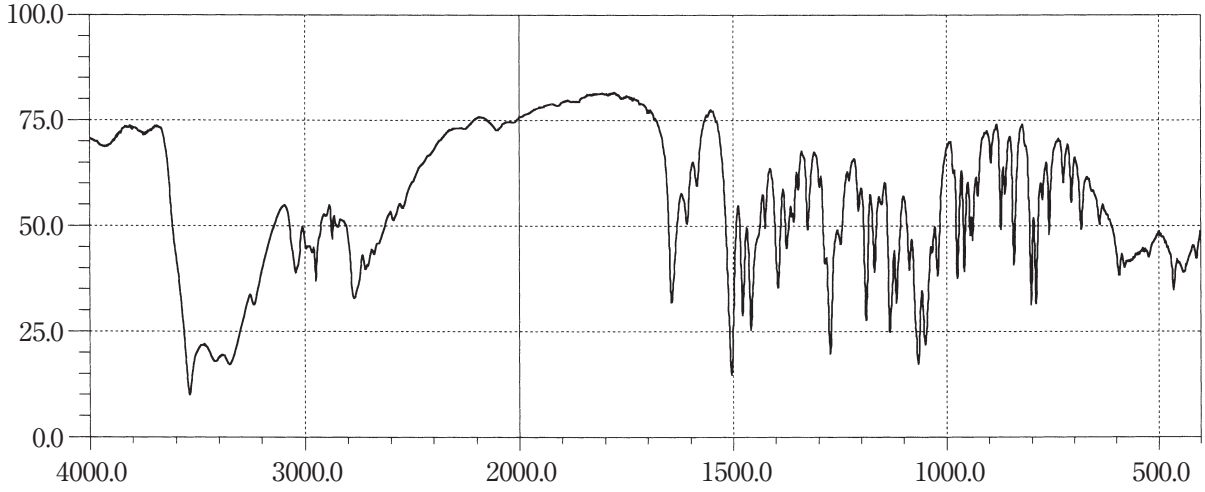
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-エチルシステイン塩酸塩



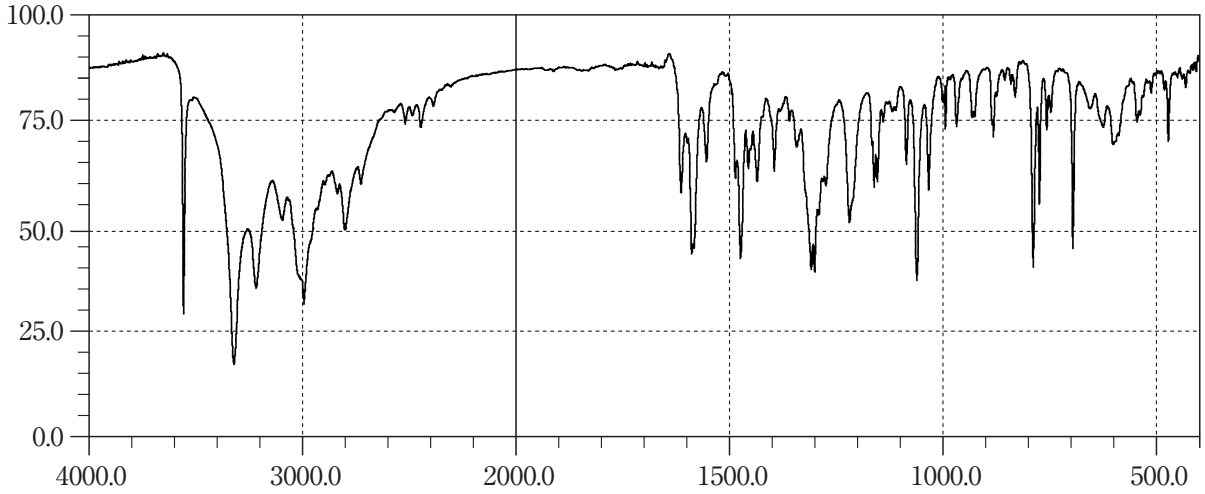
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エチルモルヒネ塩酸塩水和物



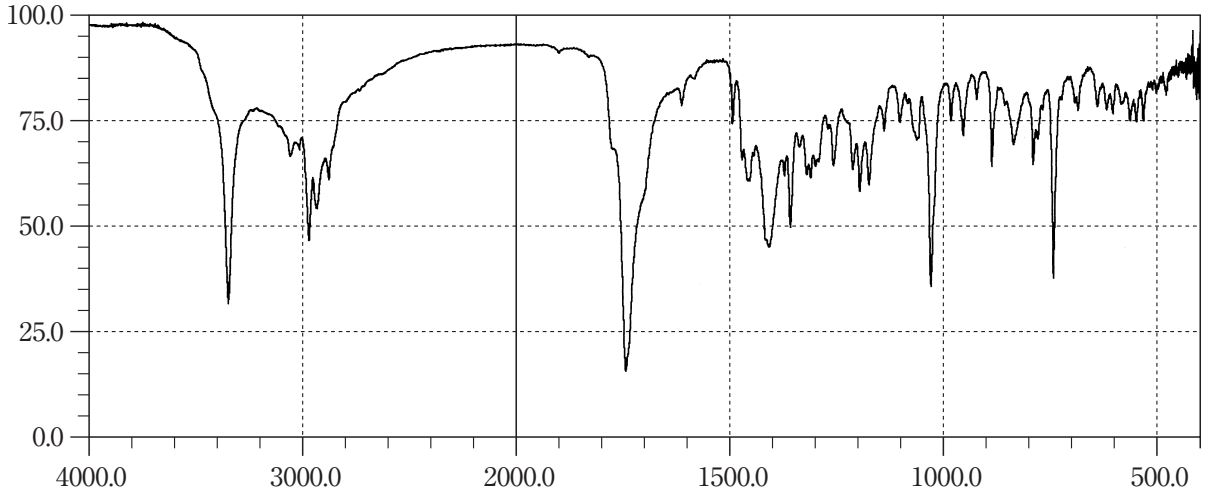
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エチレフリン塩酸塩



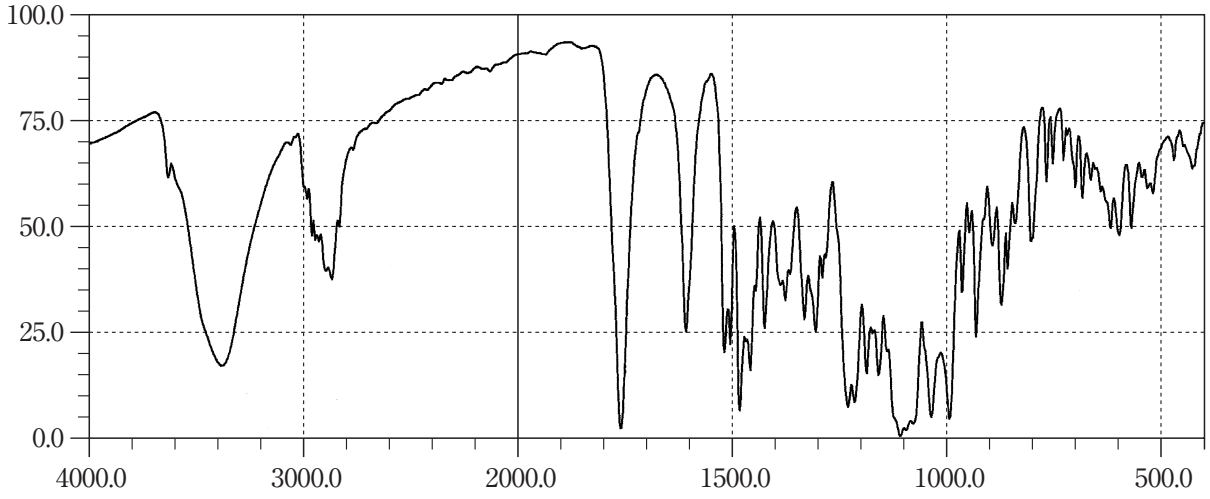
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

エトドラク



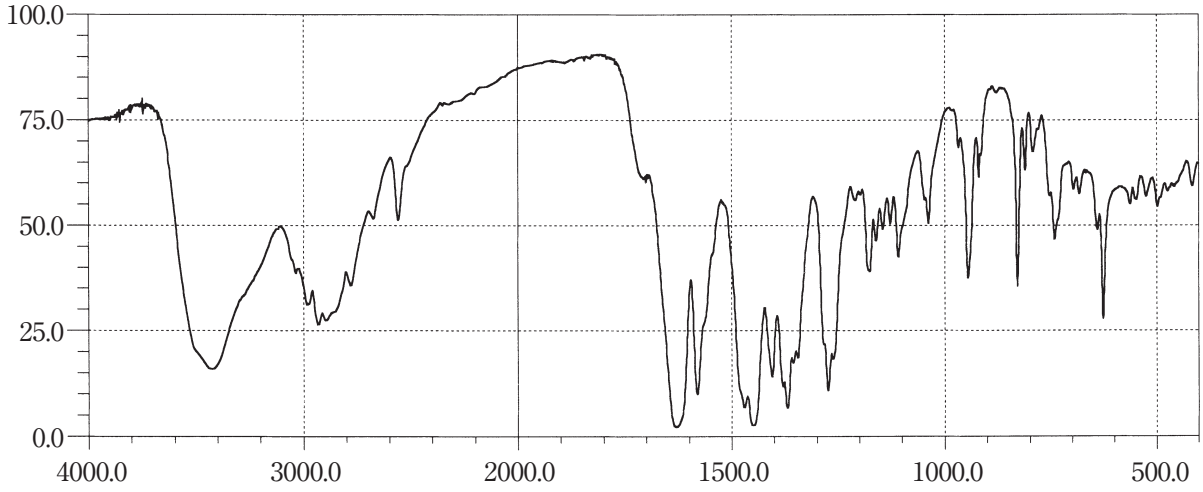
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エトポシド



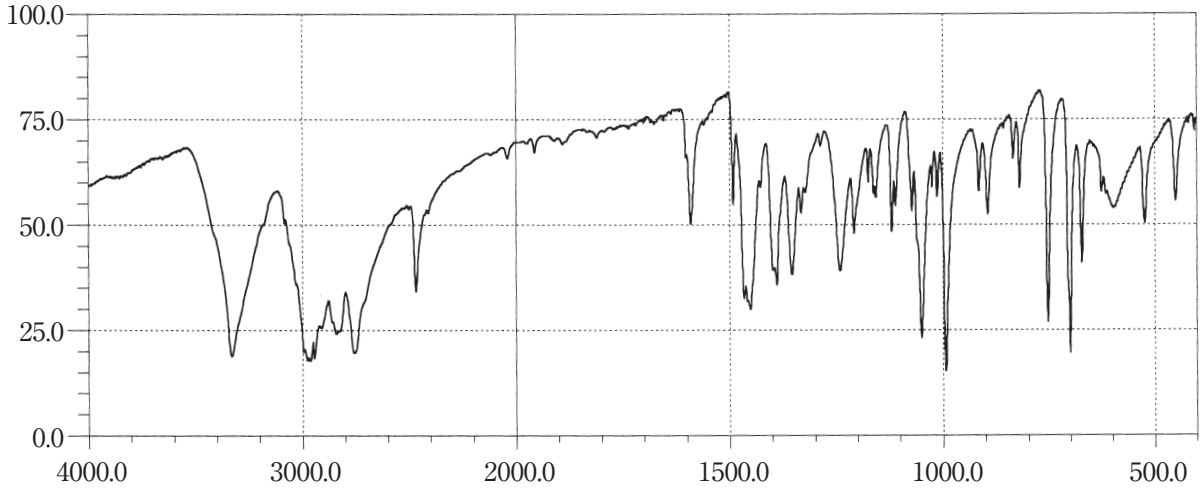
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エノキサシン水和物



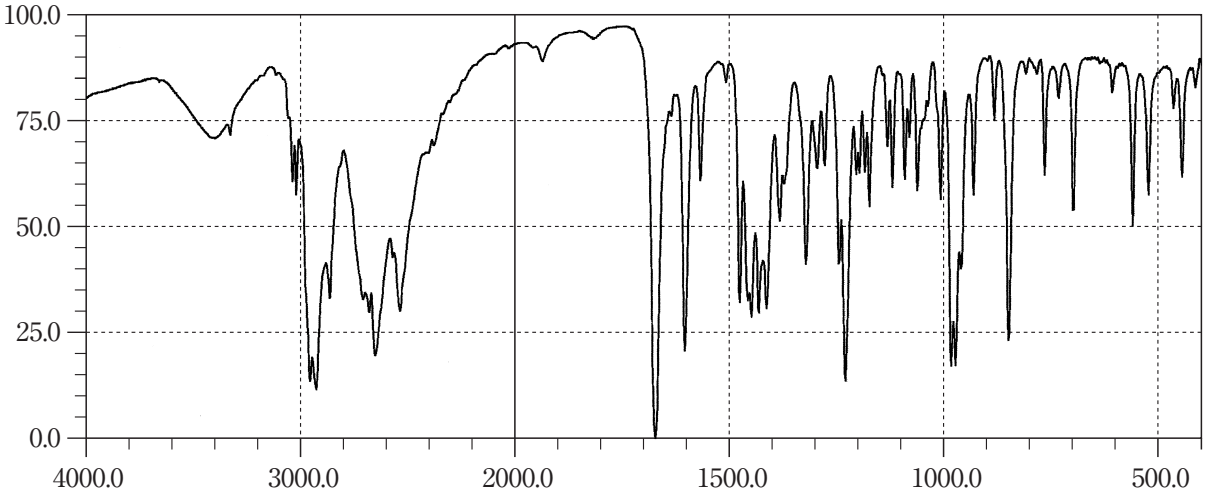
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エフェドリン塩酸塩



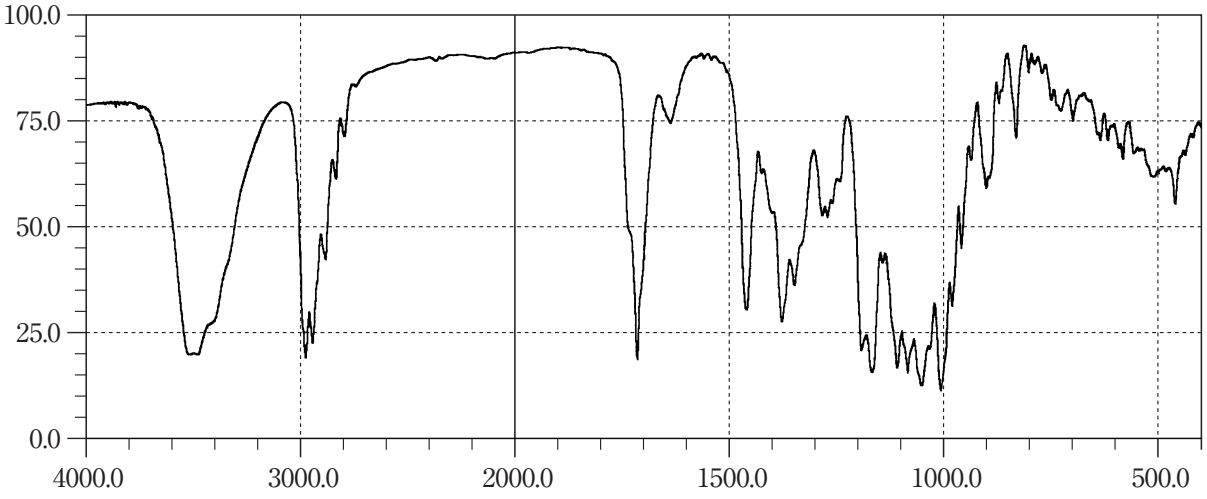
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

エペリゾン塩酸塩



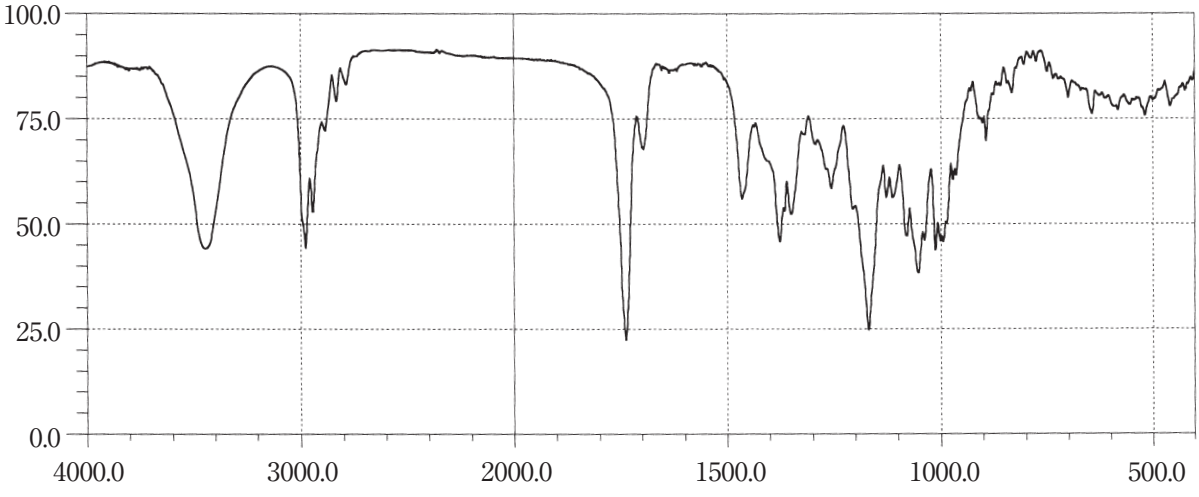
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

エリスロマイシン



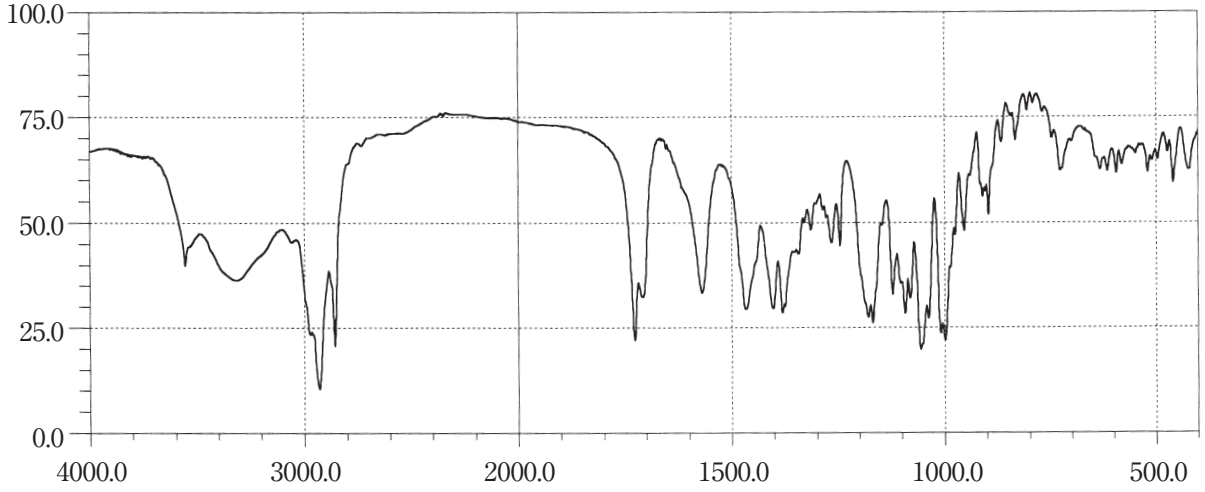
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エリスロマイシンエチルコハク酸エステル



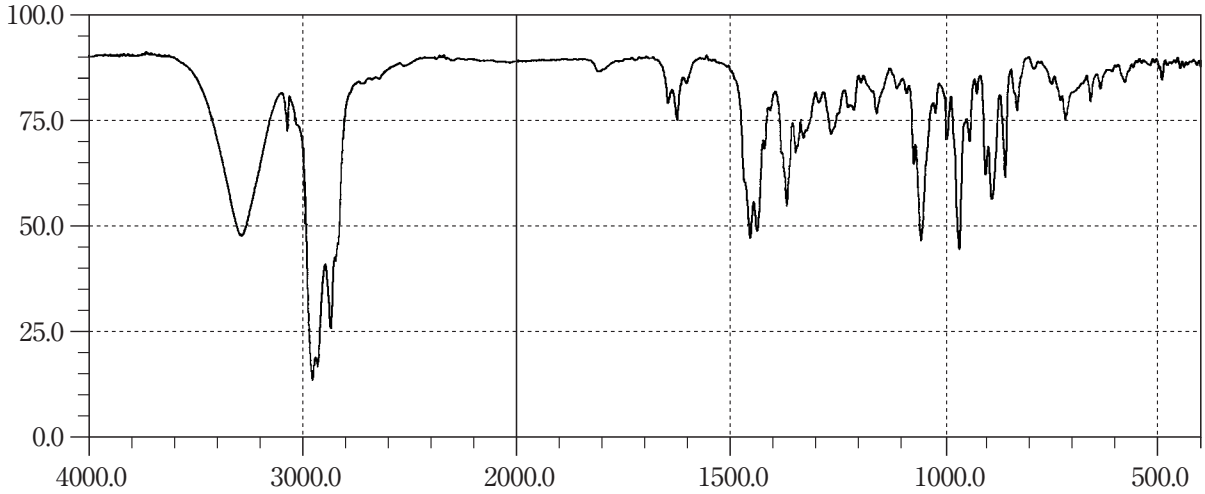
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エリスロマイシンステアリン酸塩



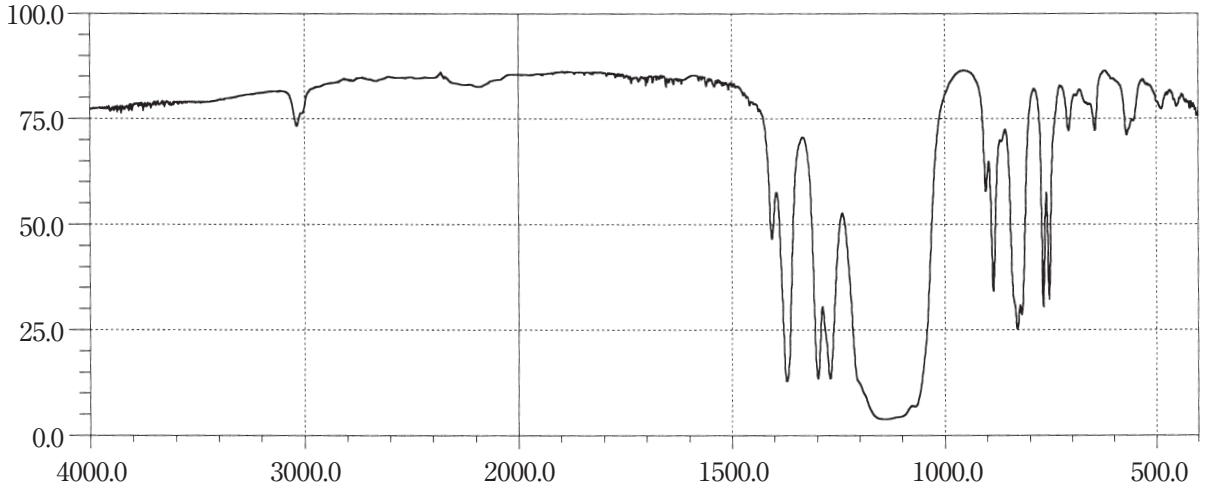
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エルゴカルシフェロール



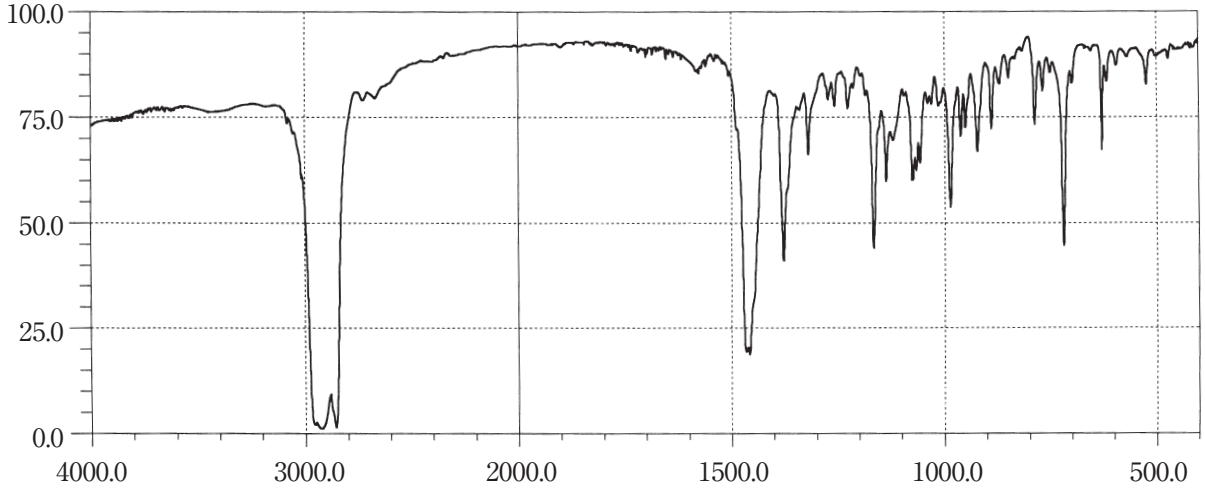
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

エンフルラン



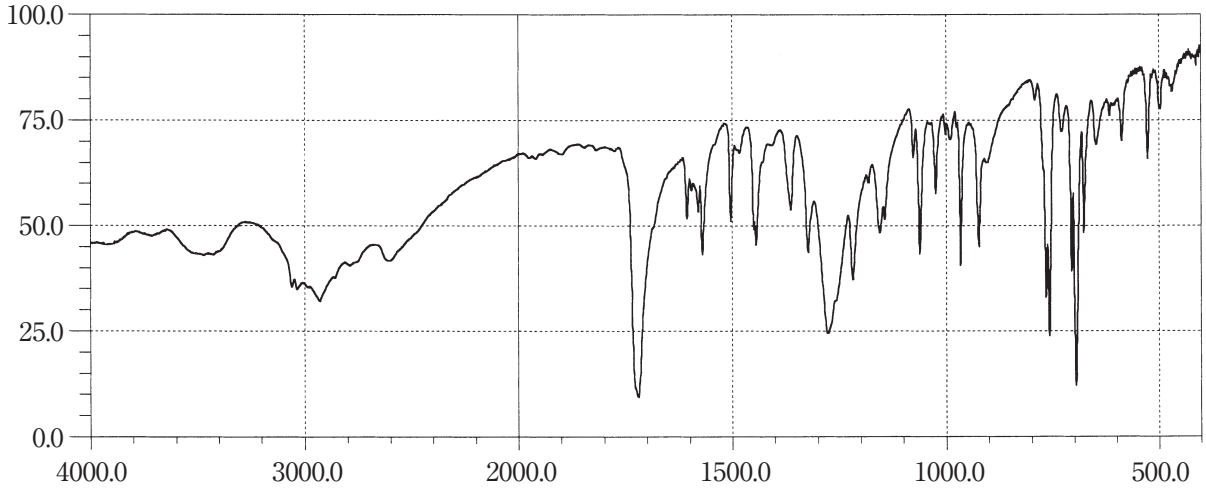
試料調製法：液膜法

オキサピウムヨウ化物



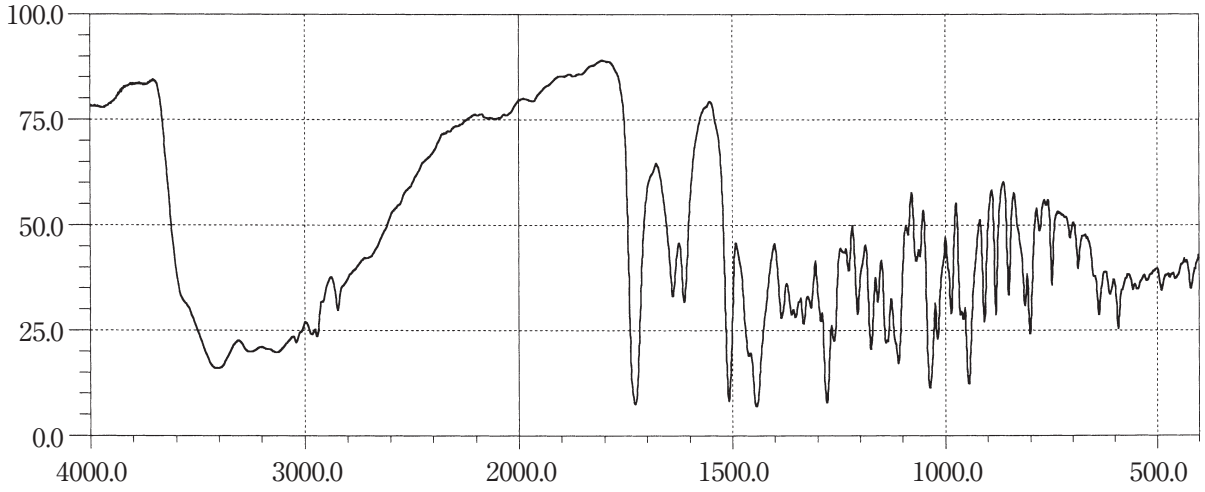
試料調製法：ペースト法

オキサプロジン



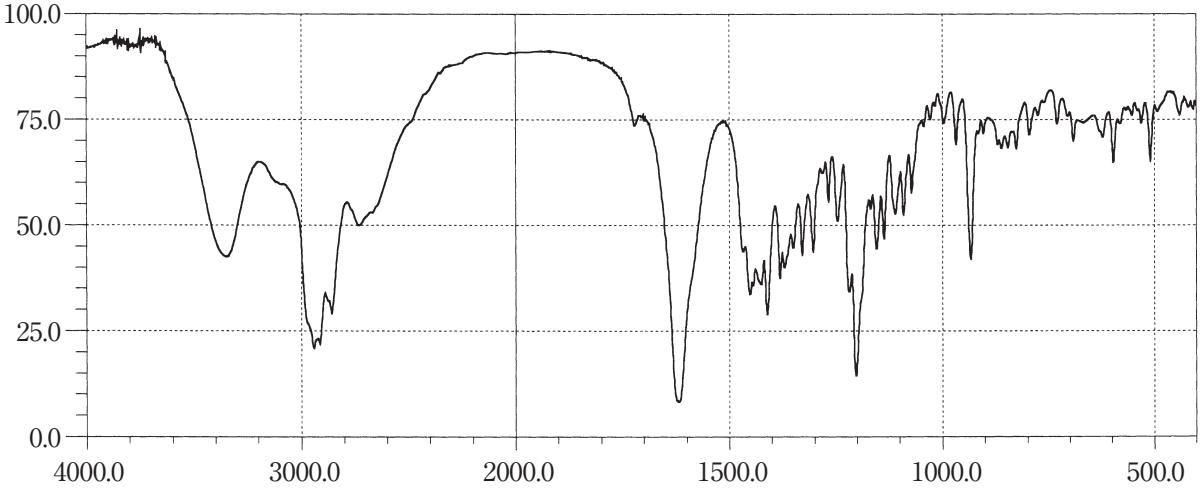
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

オキシコドン塩酸塩水和物



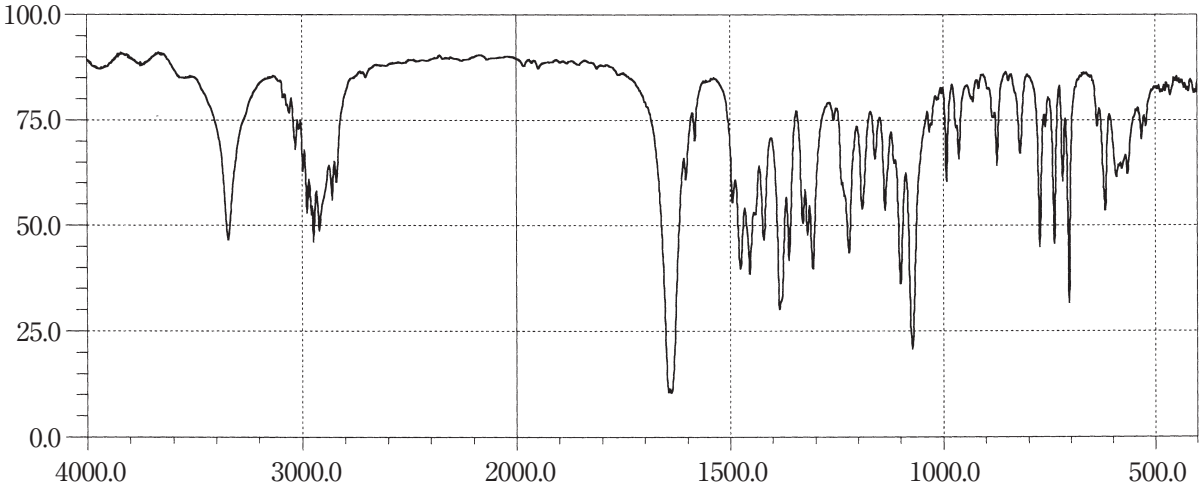
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

オキシメトロン



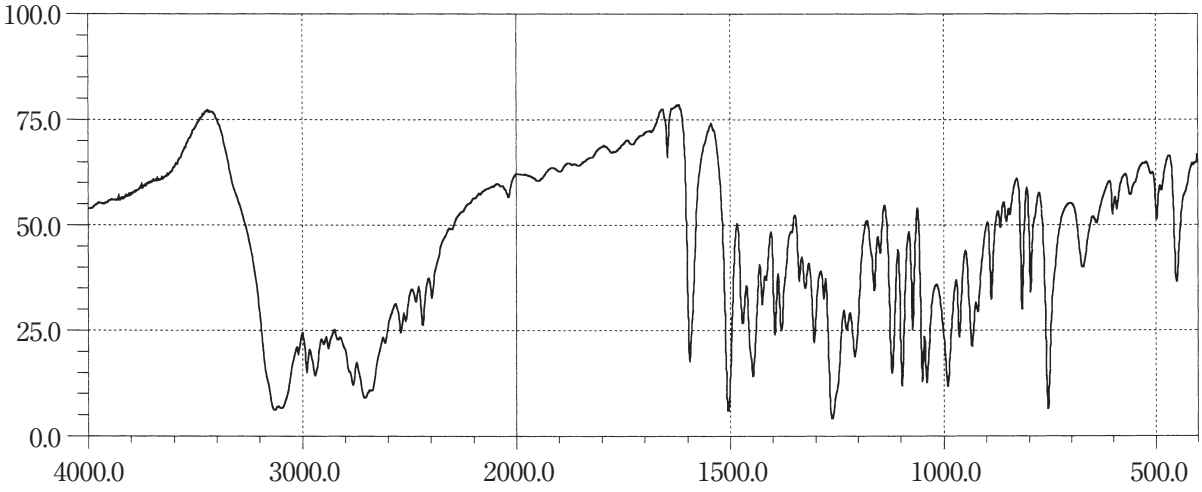
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

オキセサゼイン



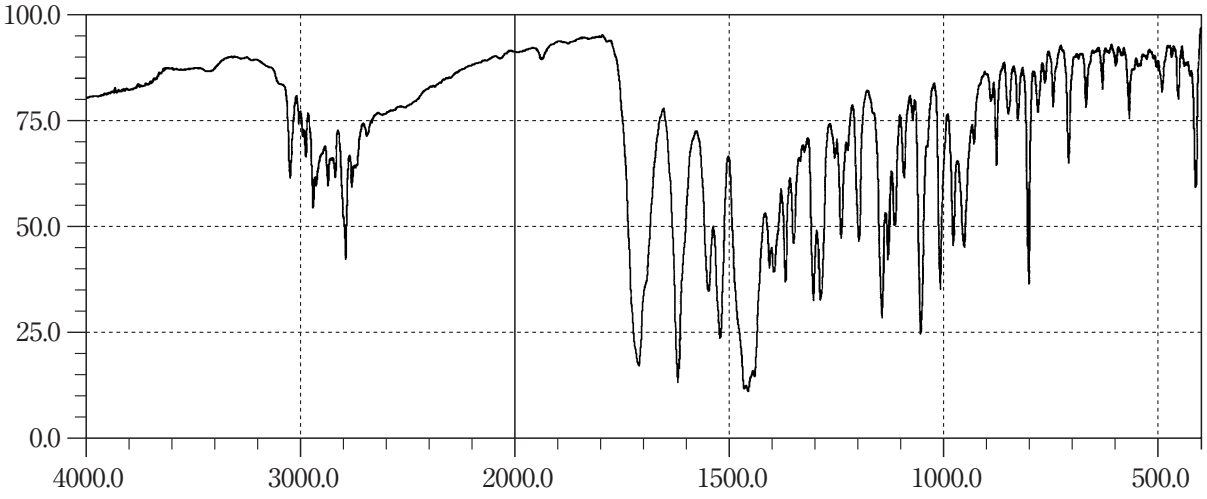
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

オクスプレノロール塩酸塩



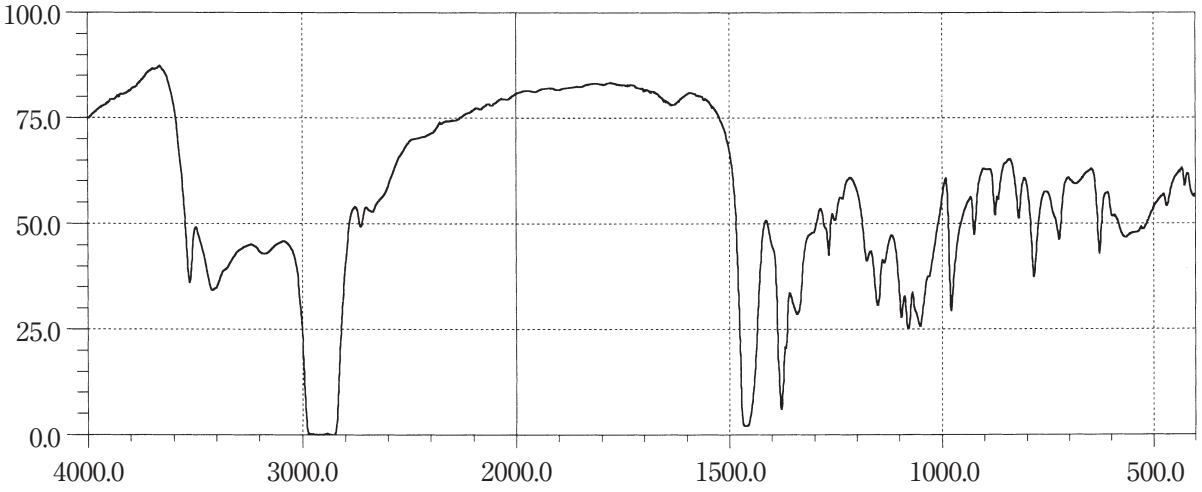
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

オフロキサシン



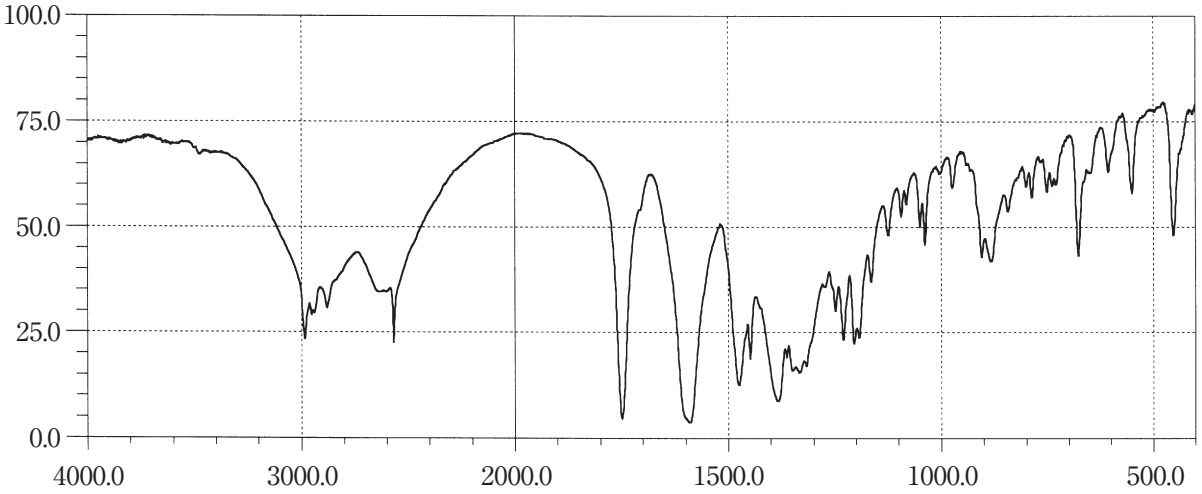
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

果糖



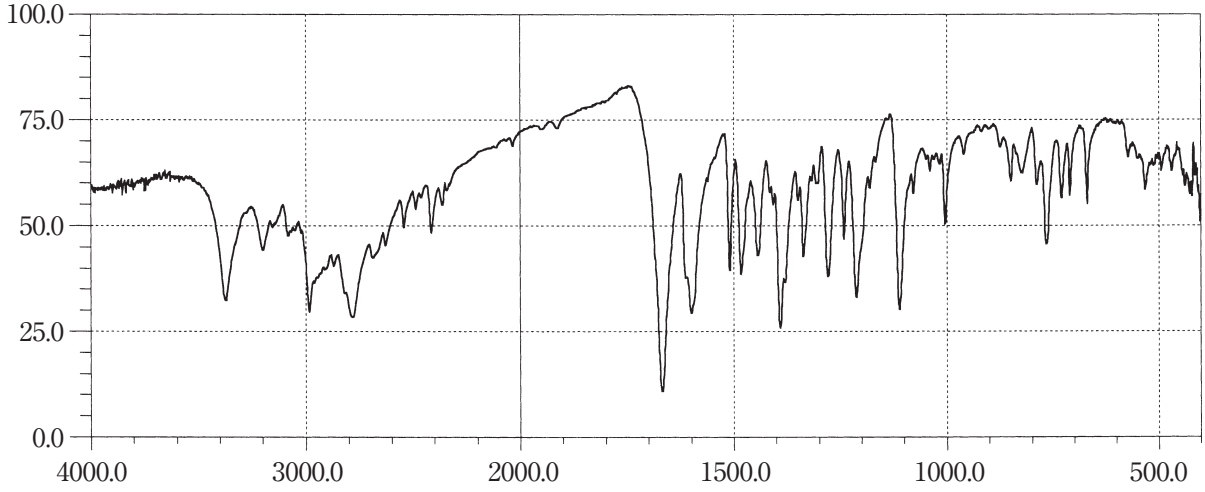
試料調製法：ペースト法

カプトプリル



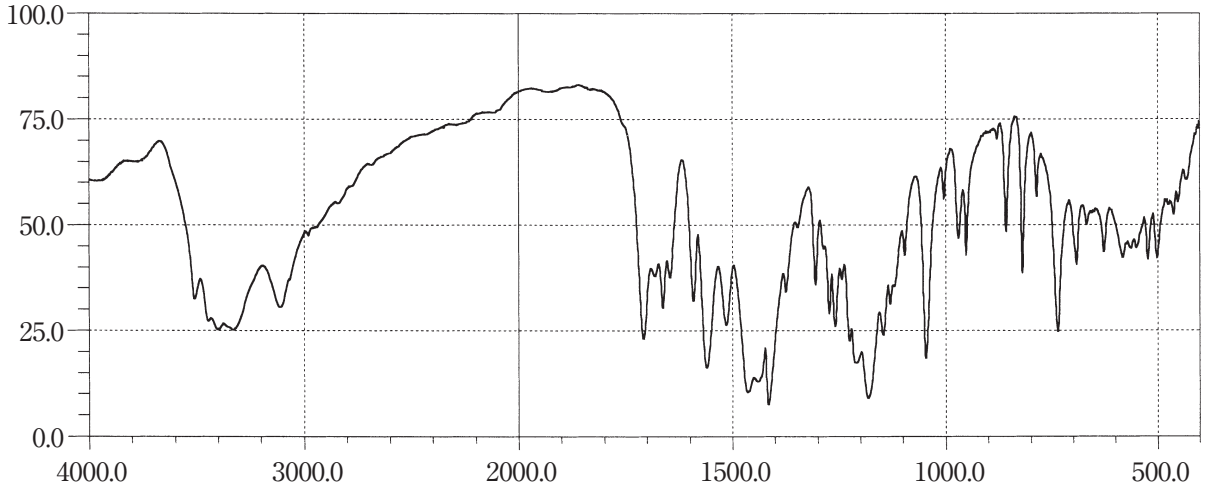
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

カルテオロール塩酸塩



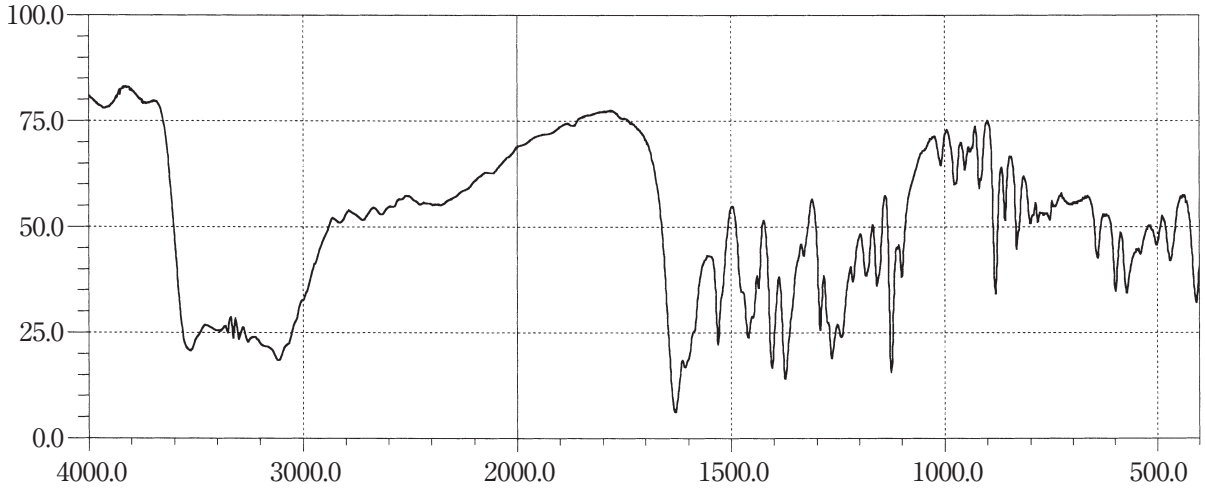
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物



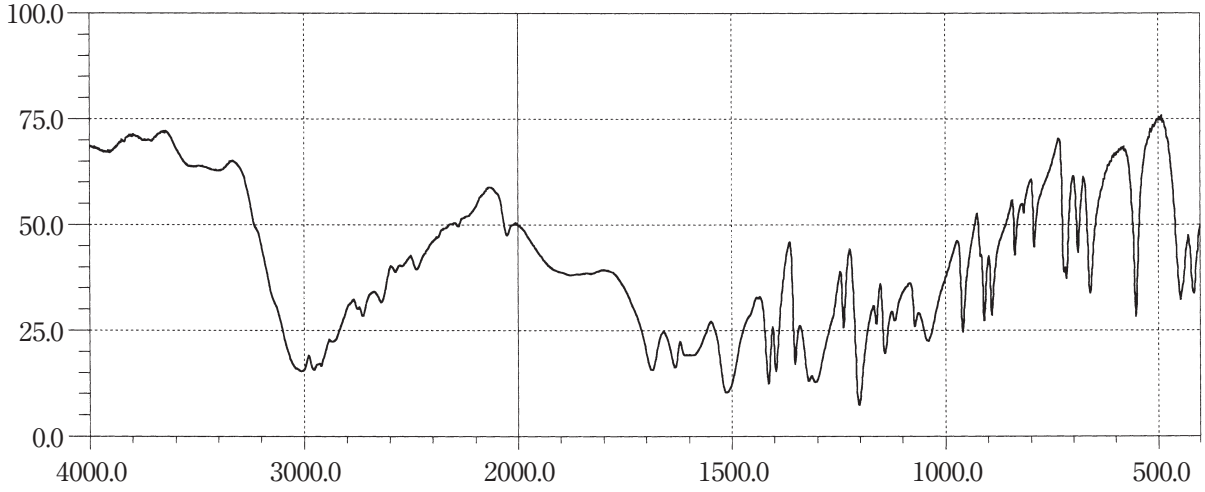
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

カルビドパ水和物



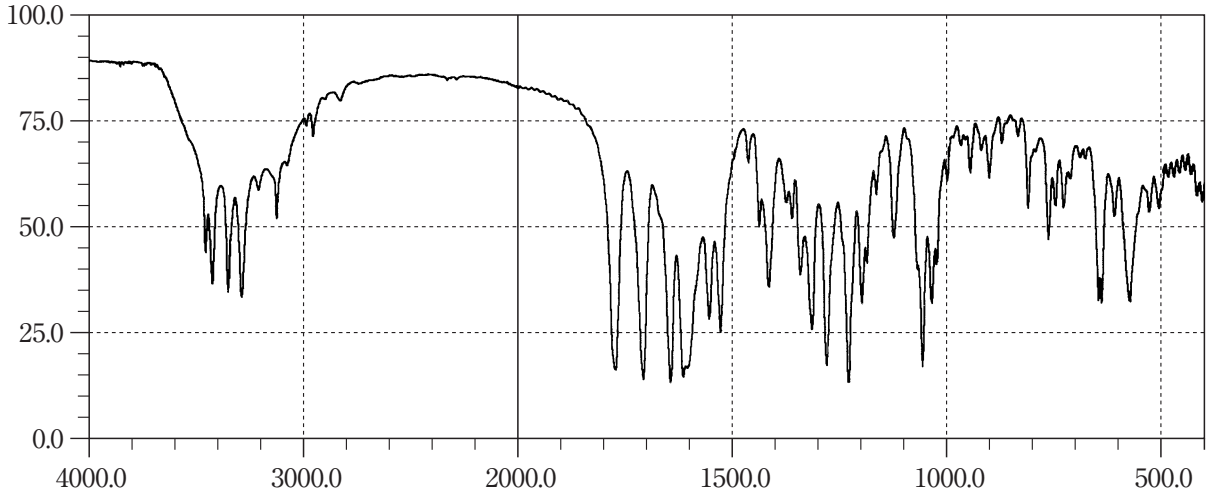
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-カルボシステイン



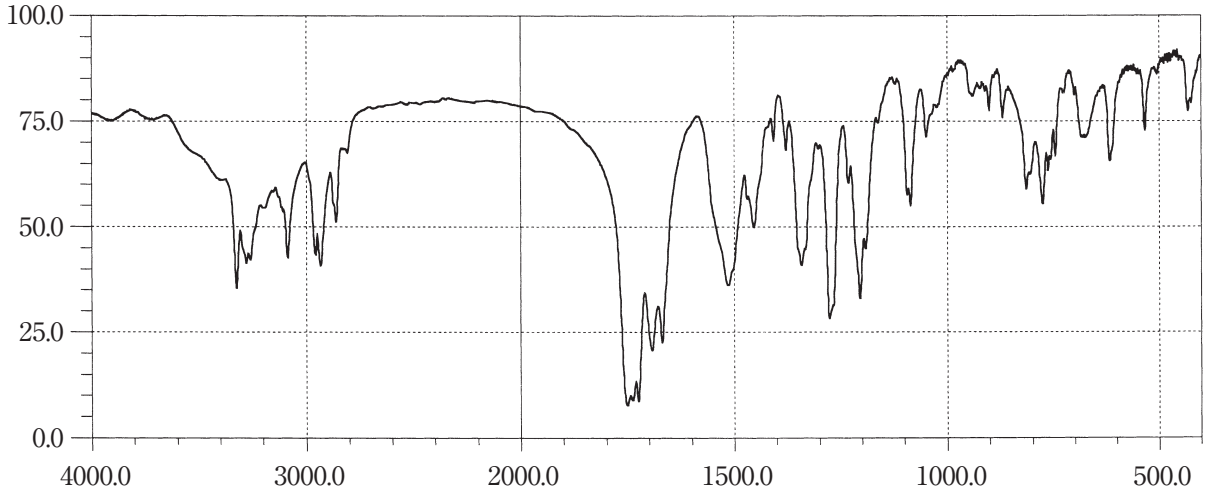
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

カルモナムナトリウム



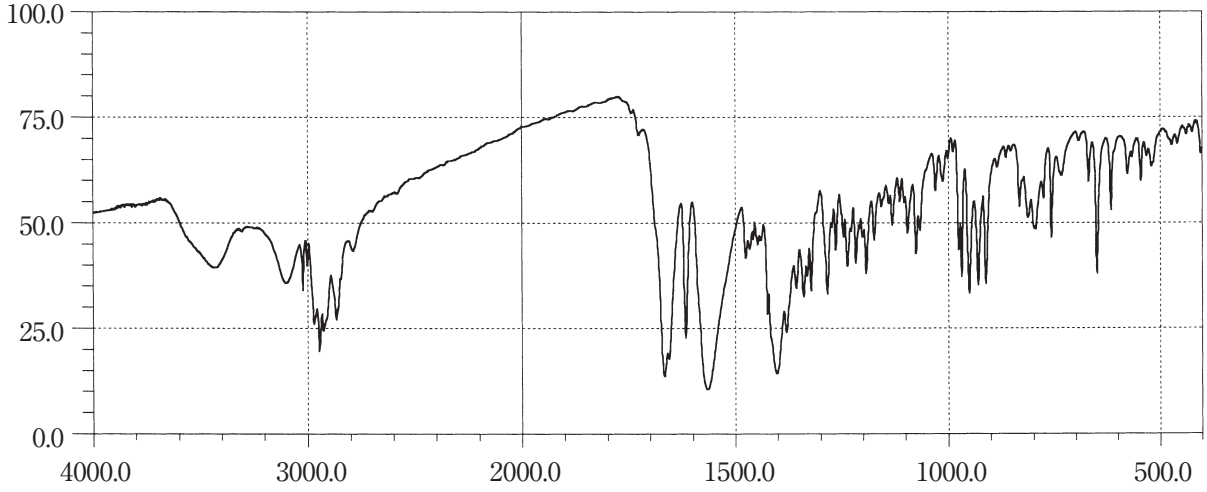
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

カルモフール



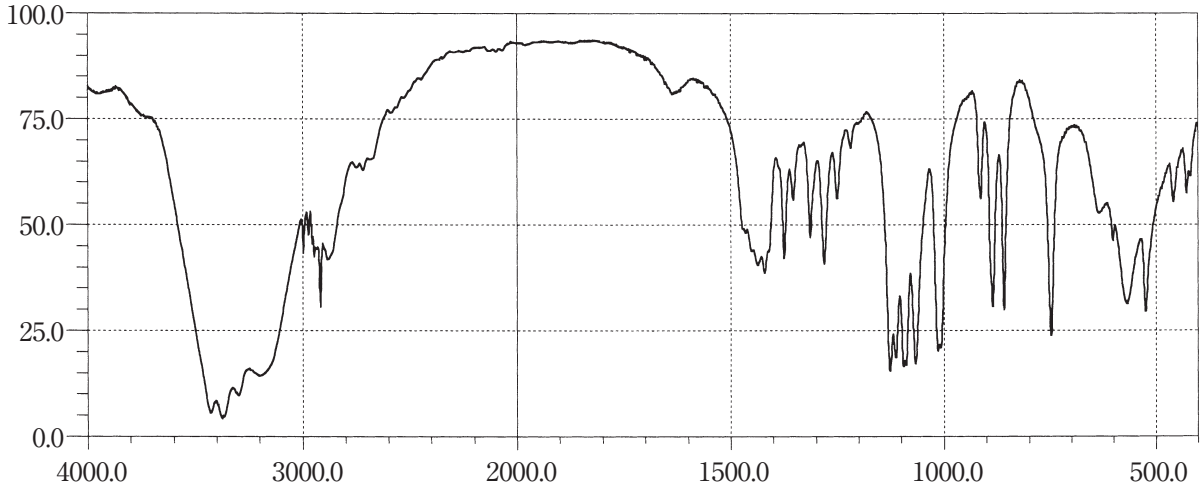
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

カンレノ酸カリウム



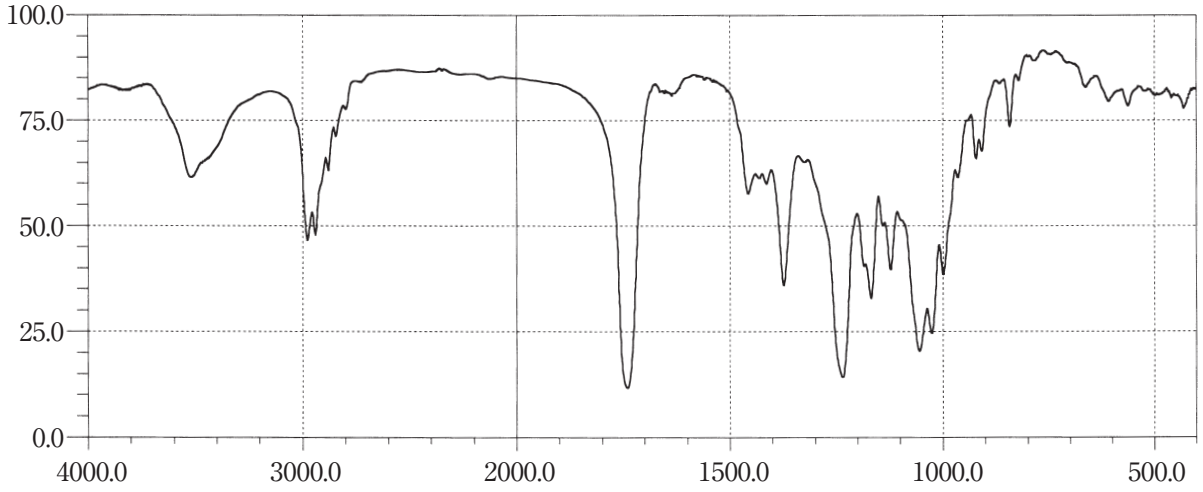
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

キシリトール



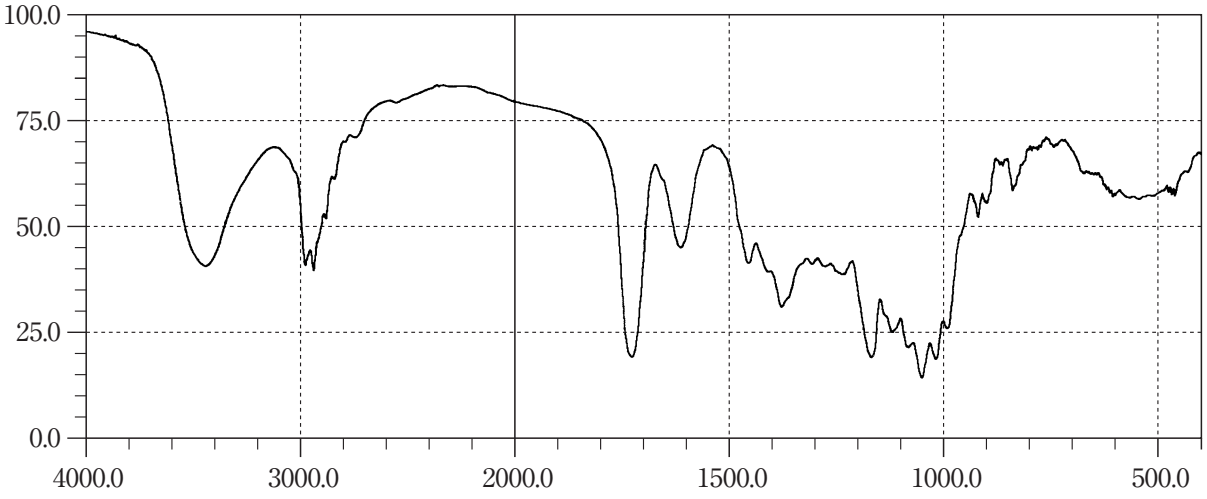
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

キタサマイシン酢酸エステル



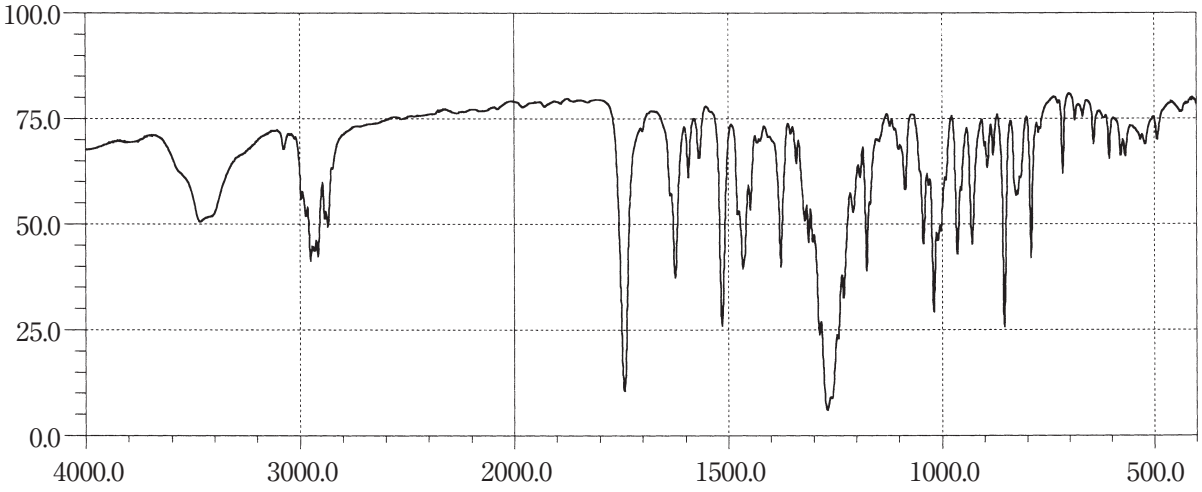
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

キタサマイシン酒石酸塩



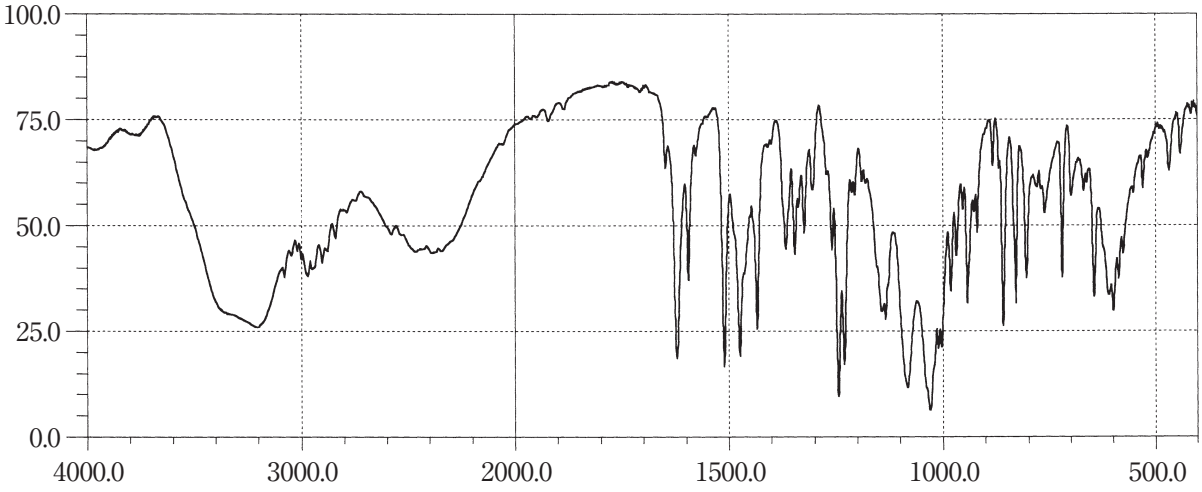
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

キニーネエチル炭酸エステル



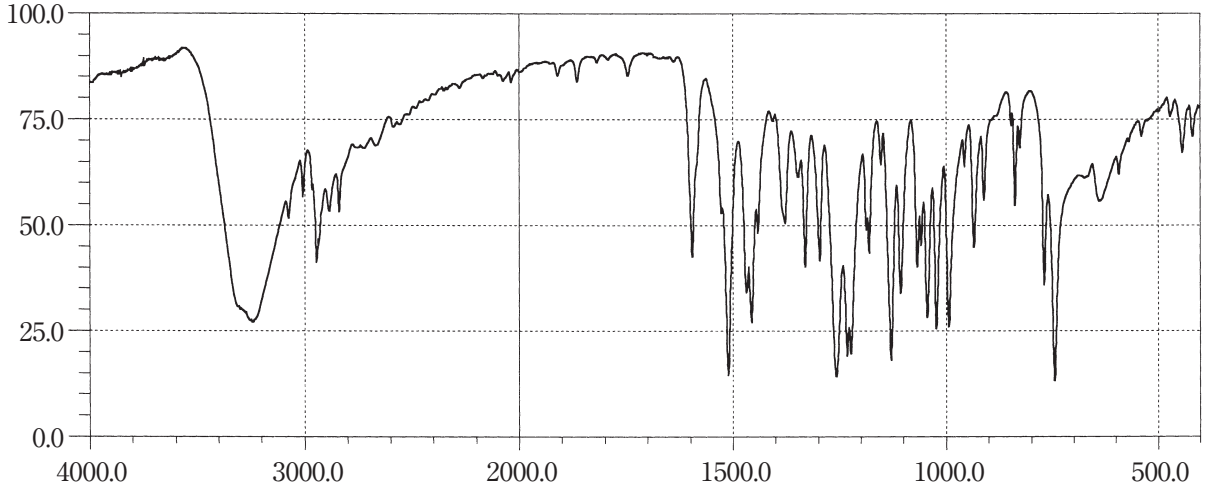
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

キニーネ硫酸塩水和物



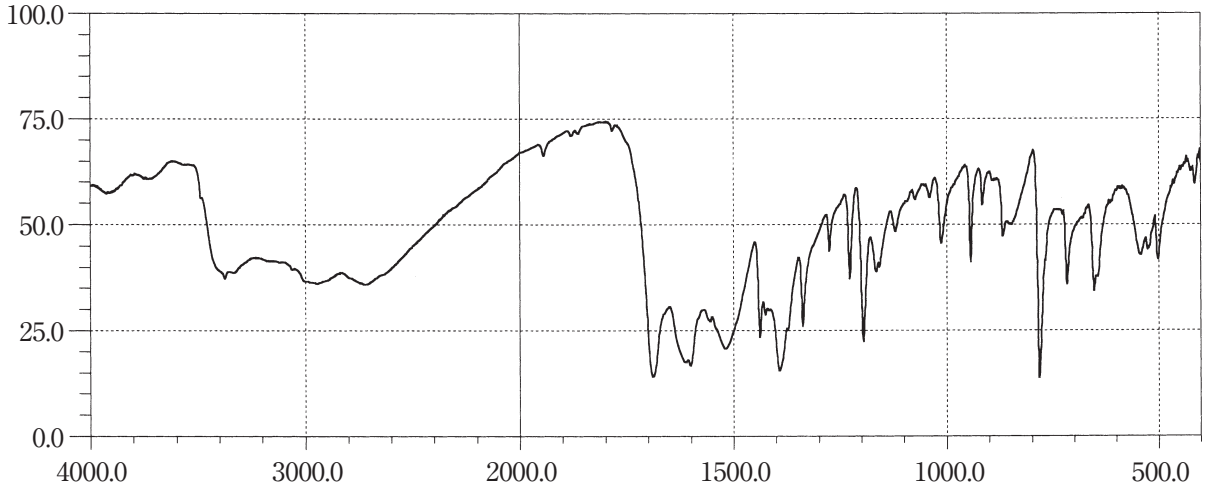
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グアイフェネシン



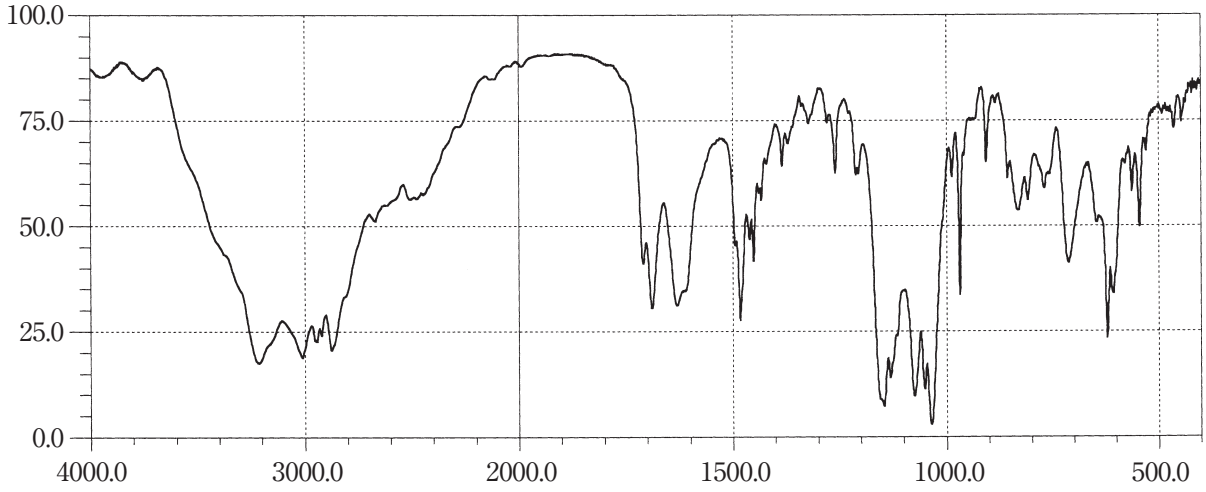
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グアナベンズ酢酸塩



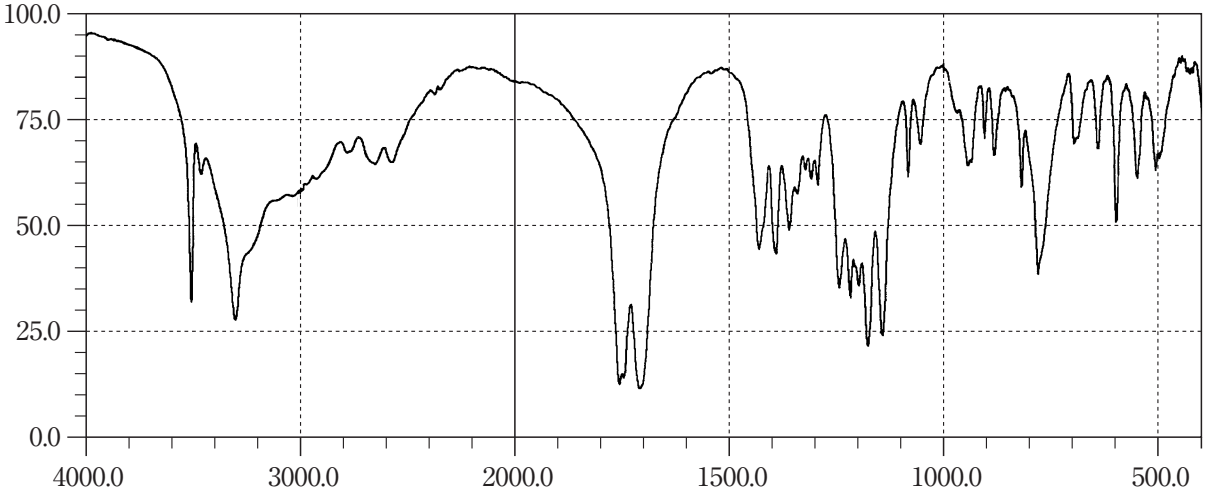
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グアネチジン硫酸塩



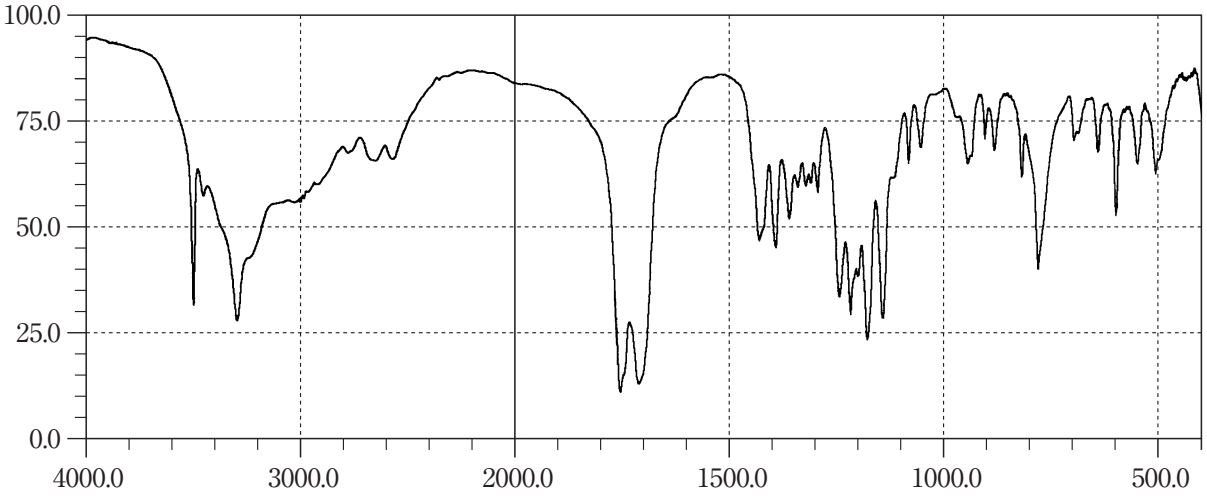
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

無水クエン酸



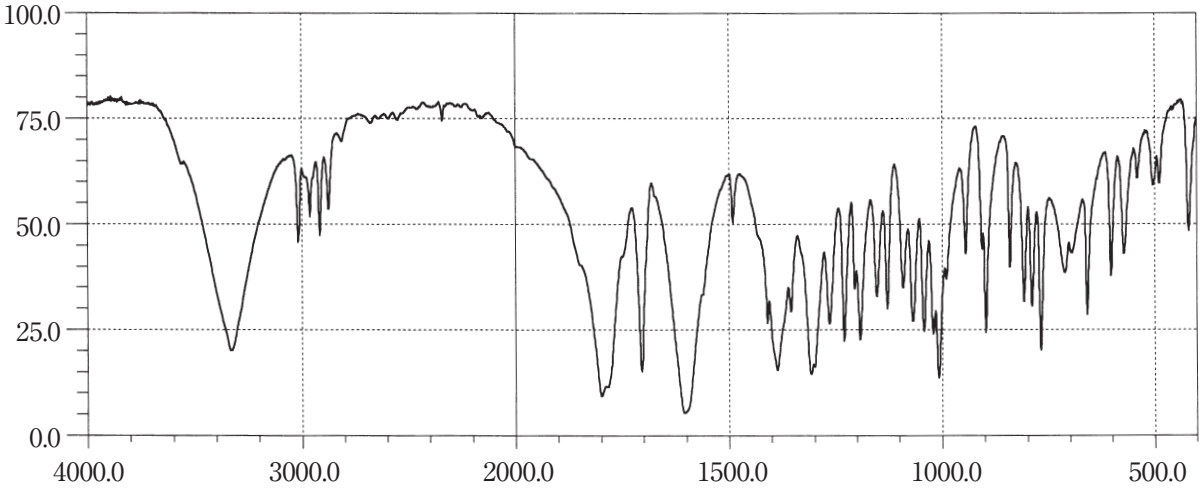
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クエン酸水和物



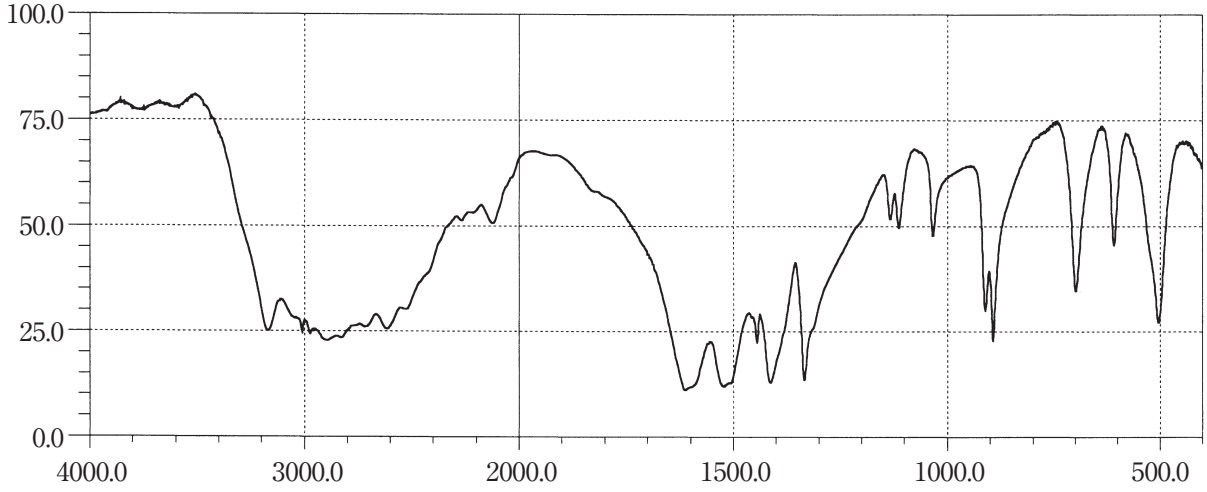
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クラブラン酸カリウム



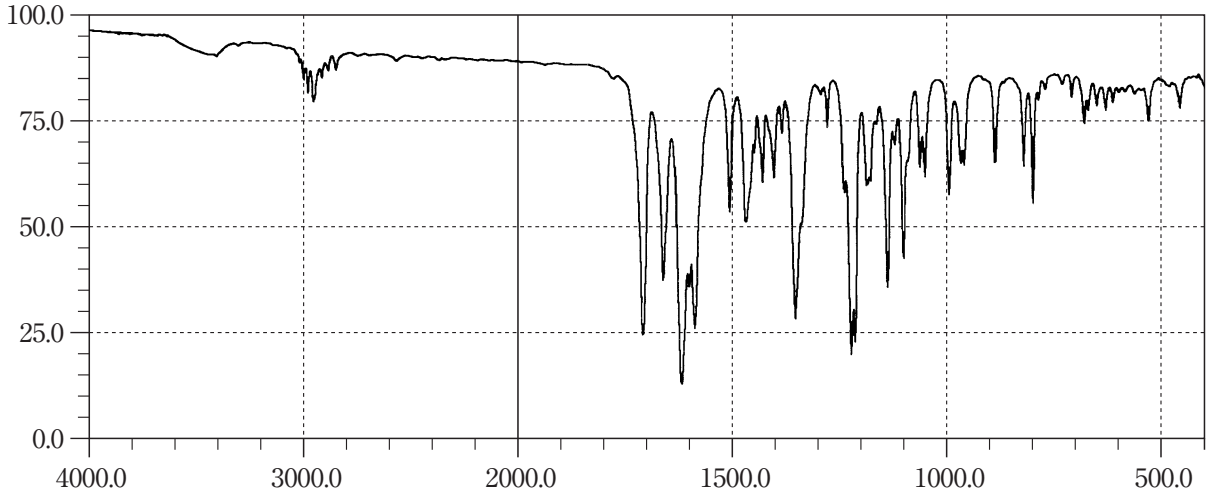
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グリシン



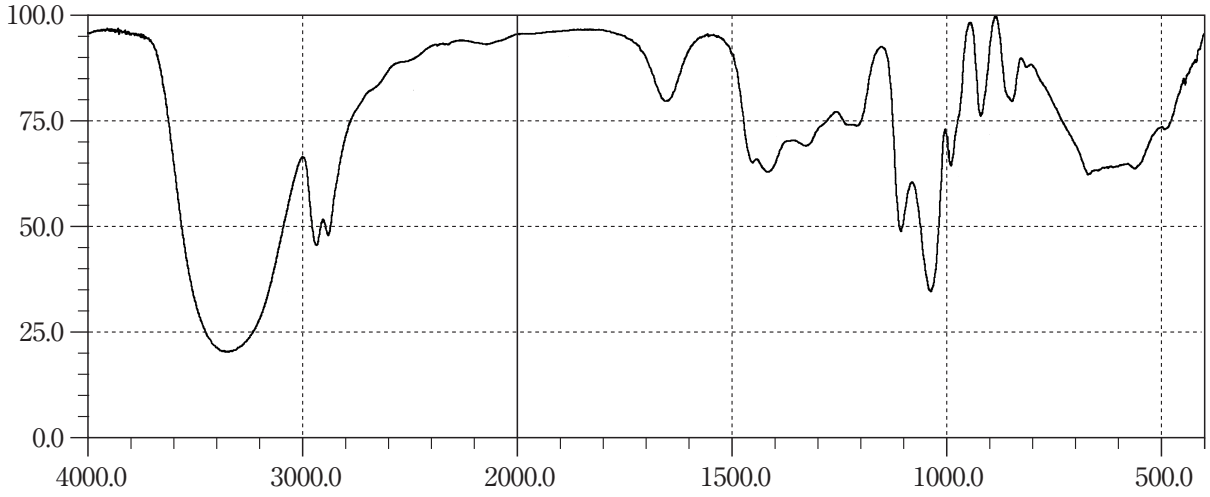
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グリセオフルビン



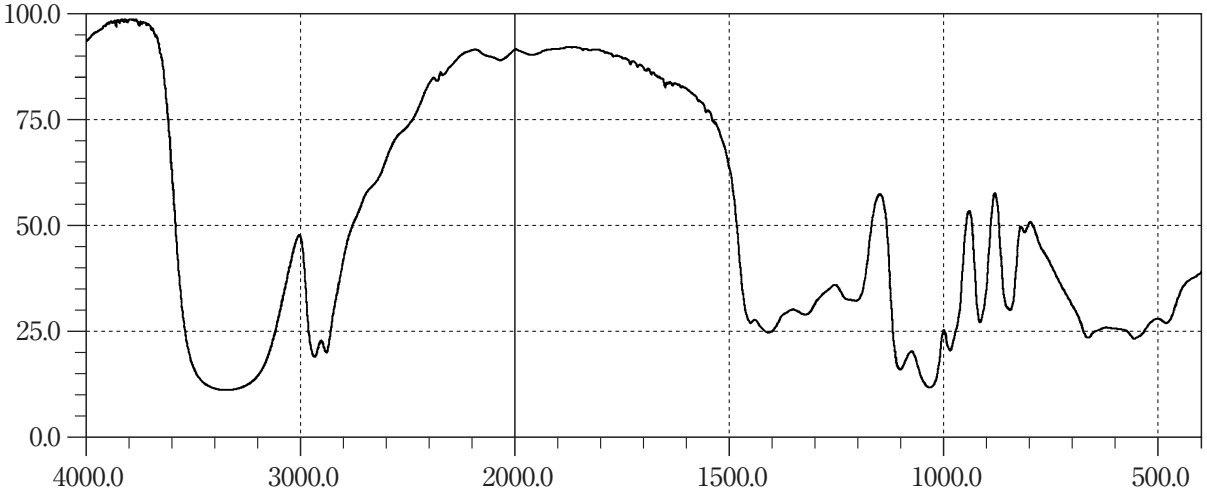
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グリセリン



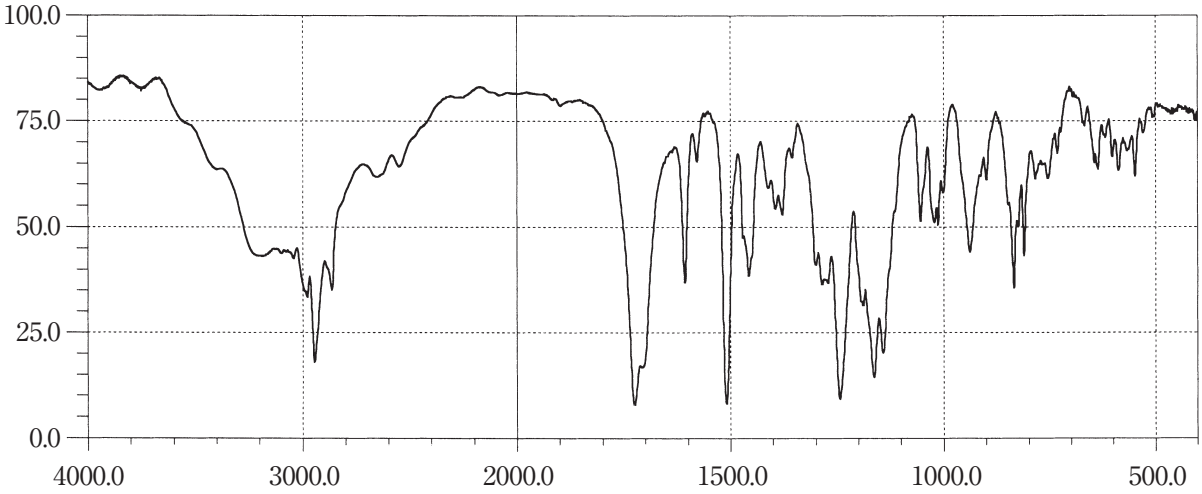
試料調製法：液膜法

濃グリセリン



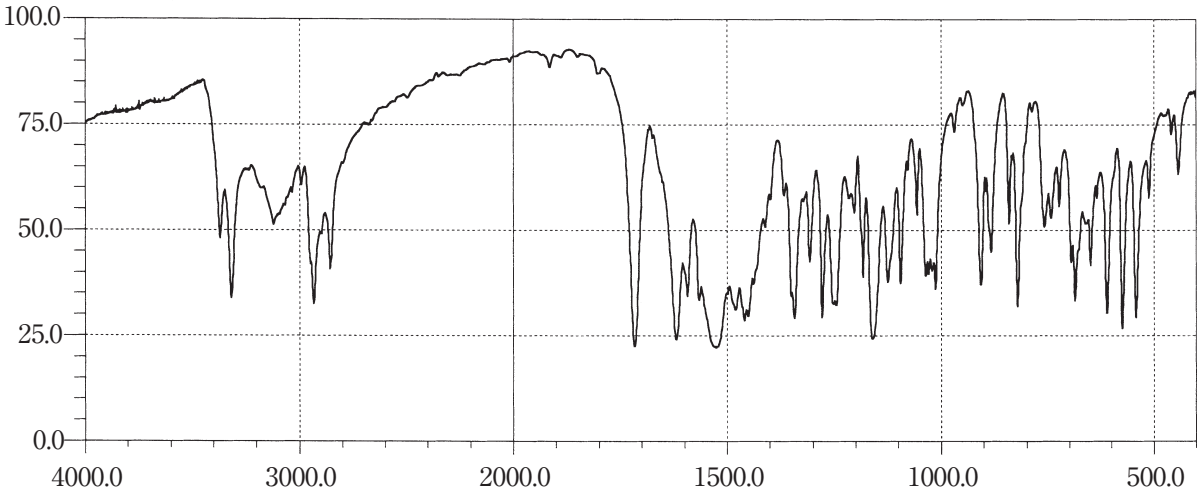
試料調製法：液膜法

クリノフィブラート



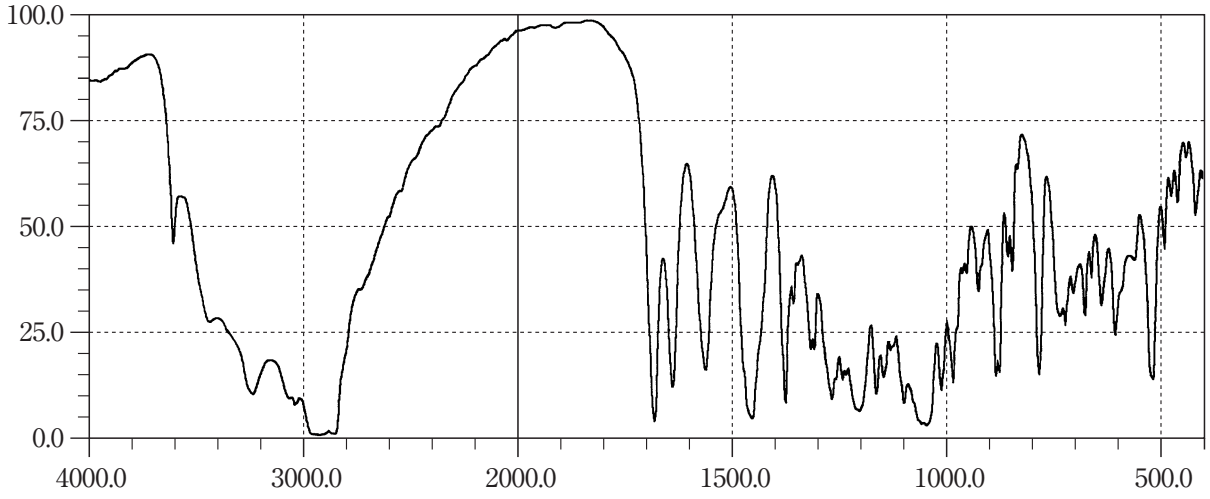
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

グリベンクラミド



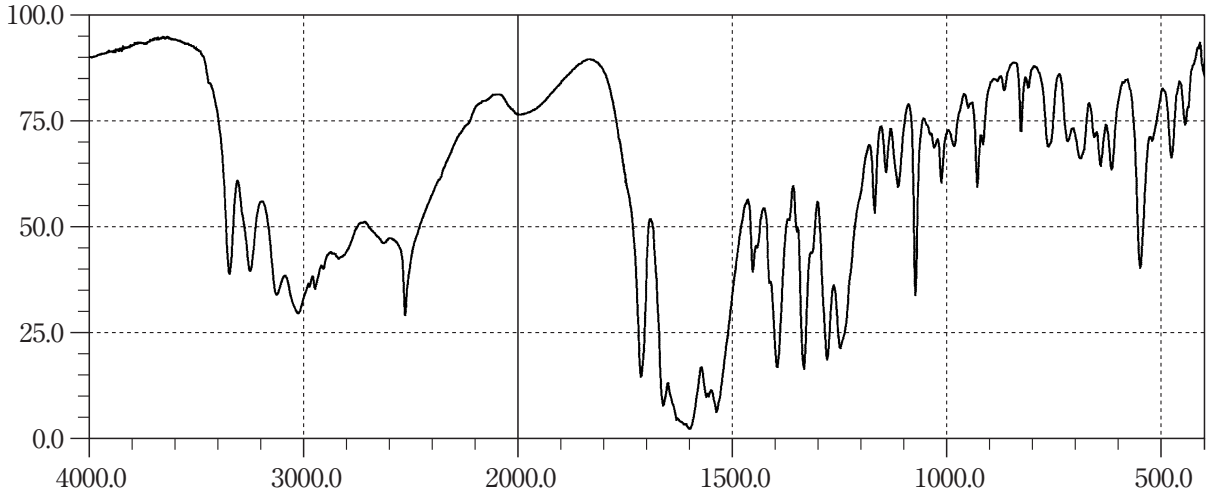
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クリンダマイシンリン酸エステル



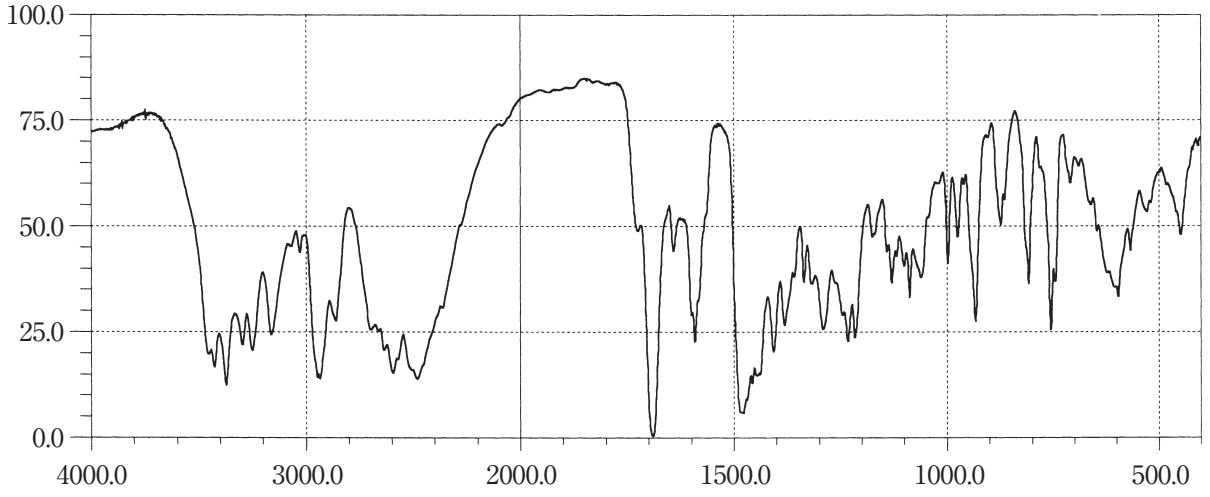
試料調製法：ペースト法

グルタチオン



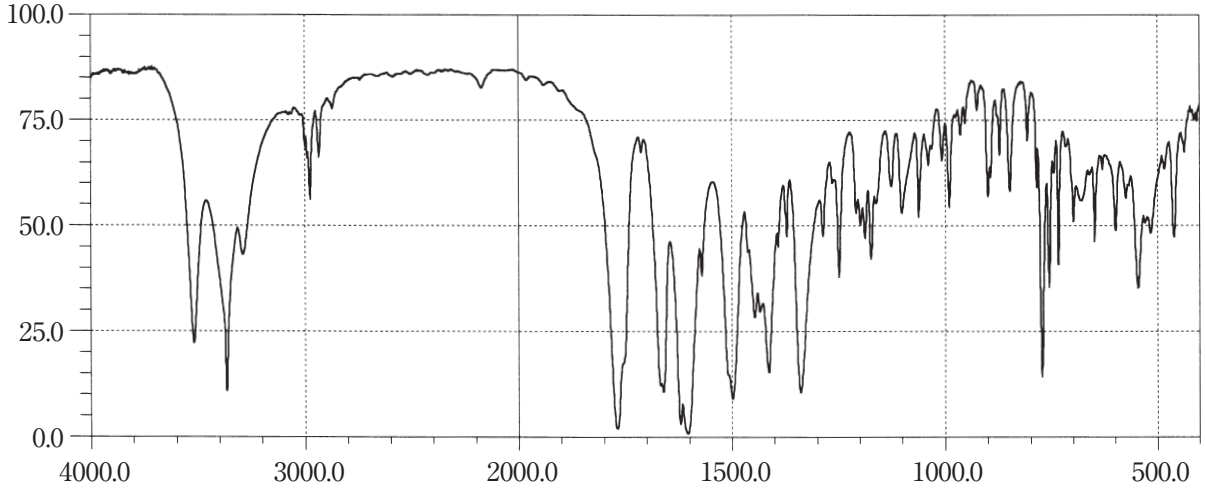
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロカプラミン塩酸塩水和物



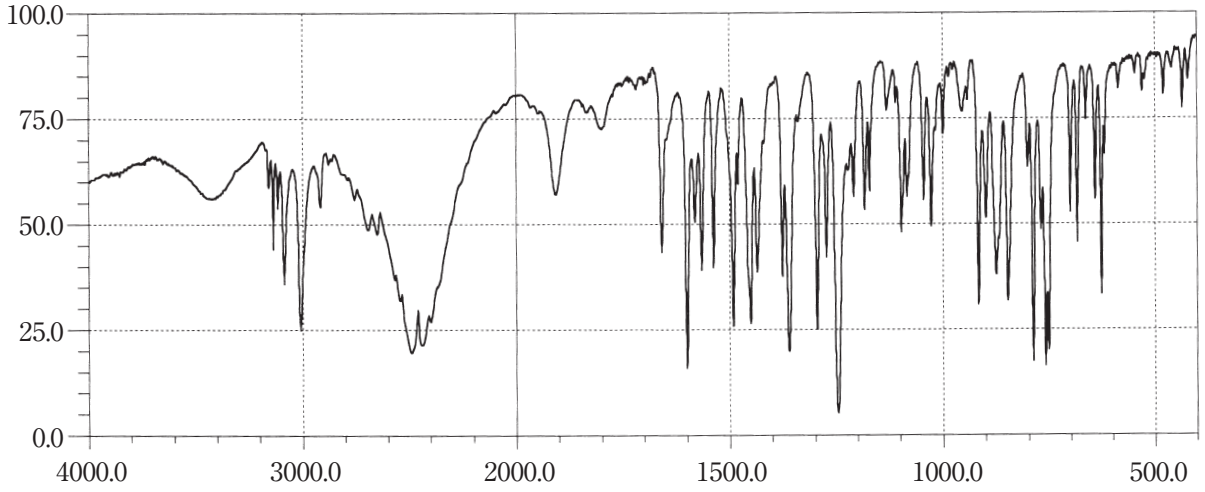
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロキサシリンナトリウム水和物



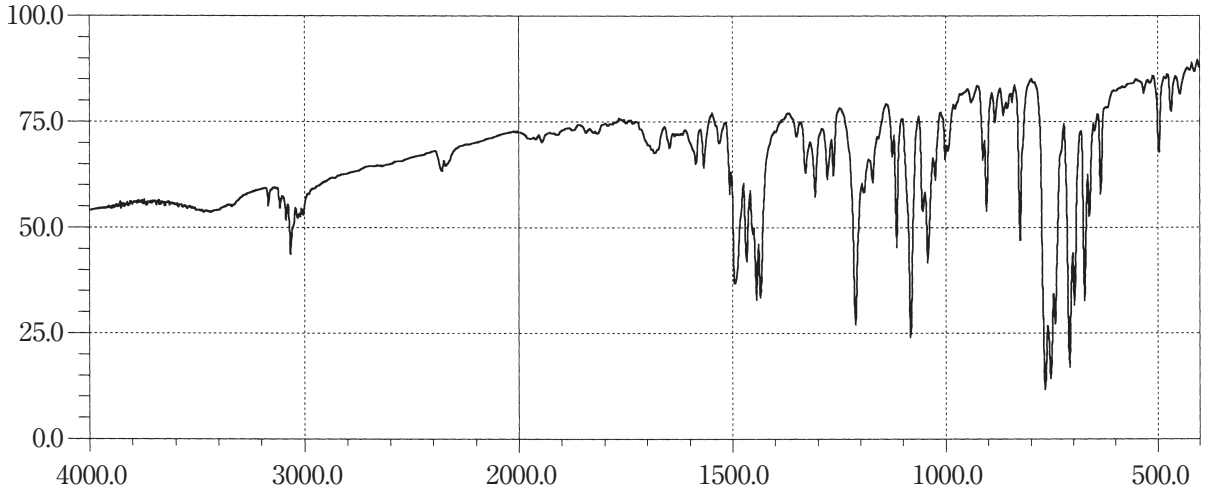
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロコナゾール塩酸塩



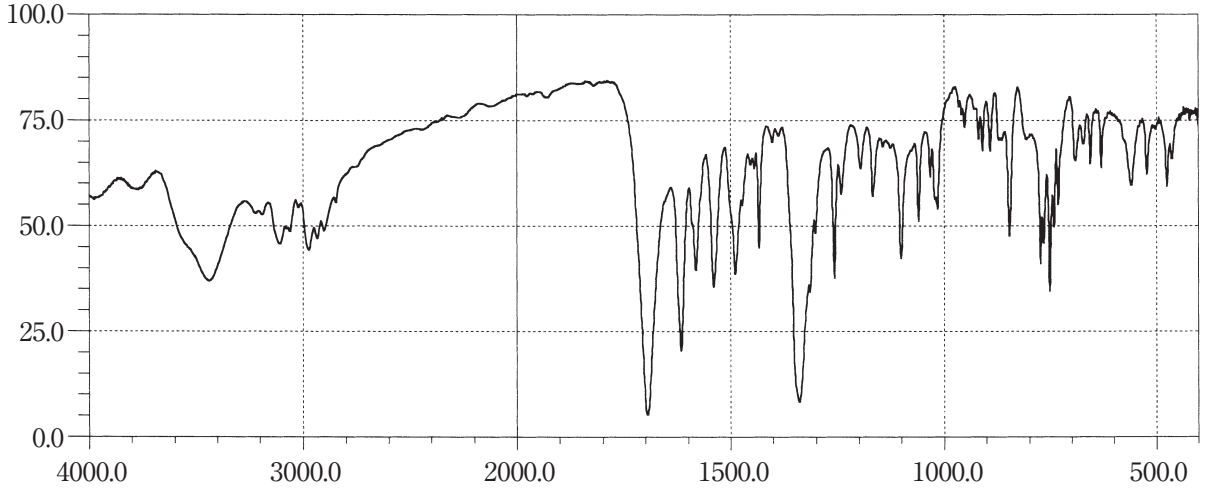
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

クロトリマゾール



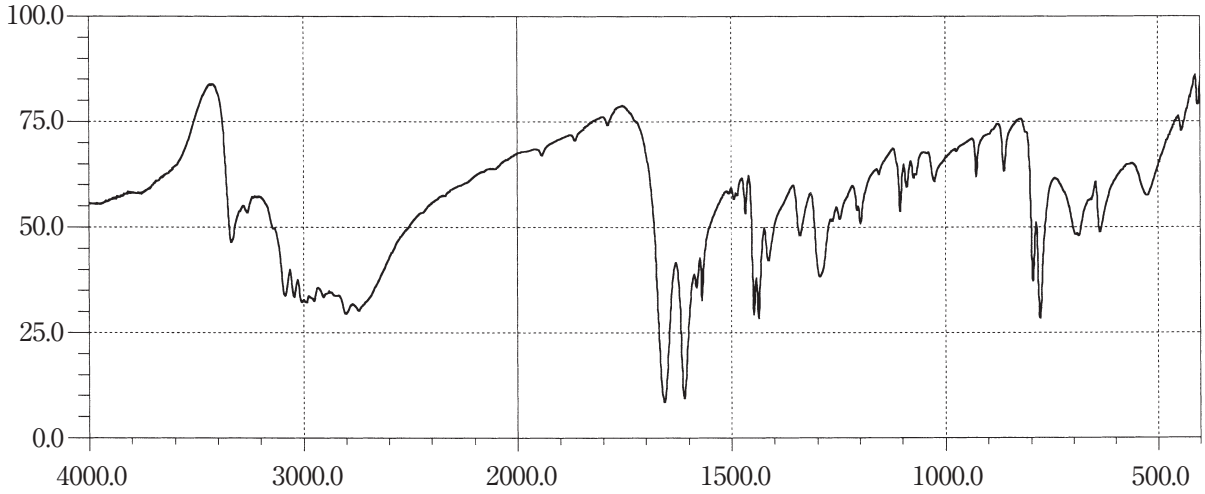
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロナゼパム



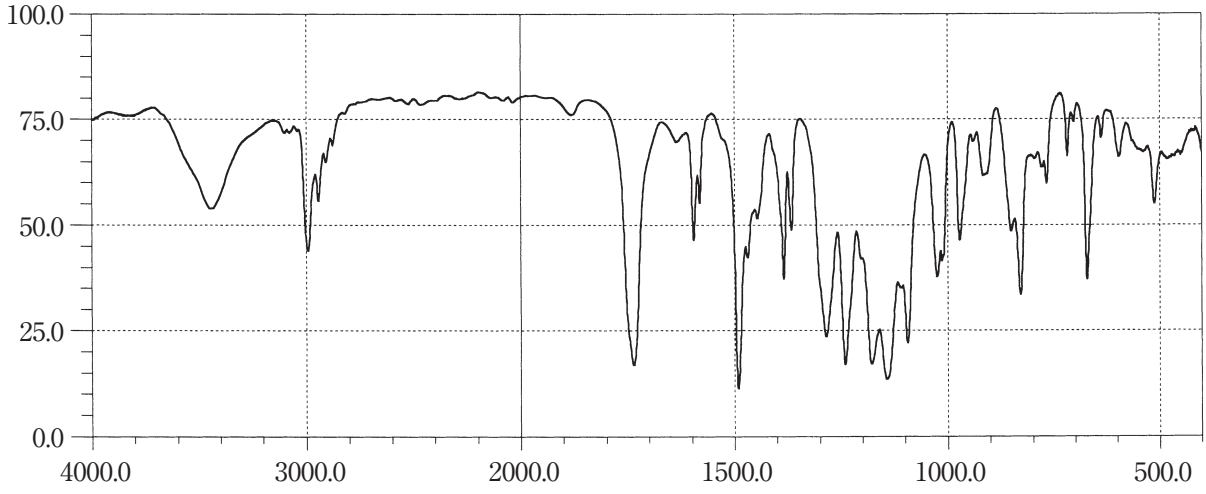
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロニジン塩酸塩



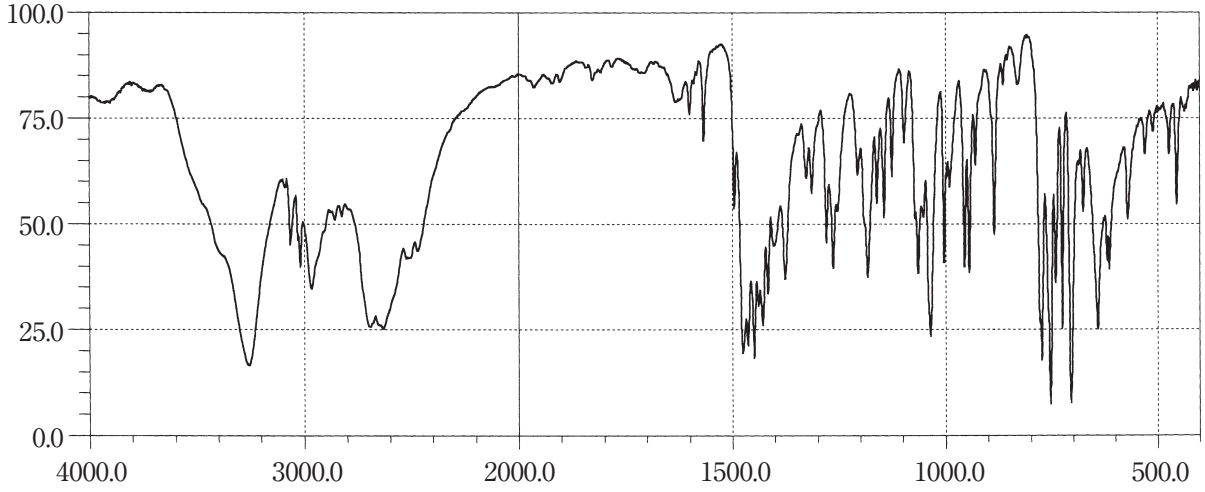
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

クロフィブラート



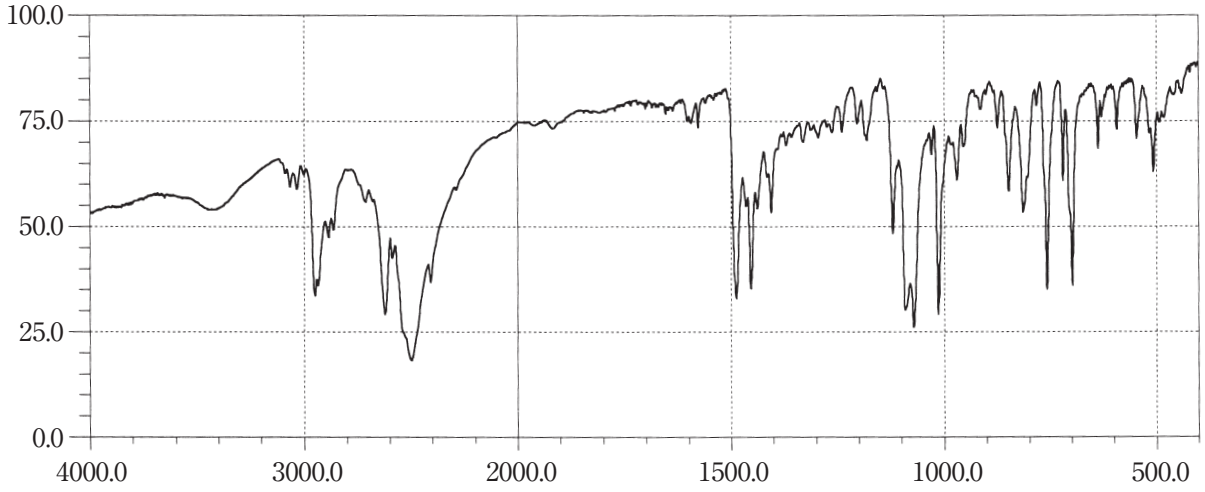
試料調製法：液膜法

クロフェダノール塩酸塩



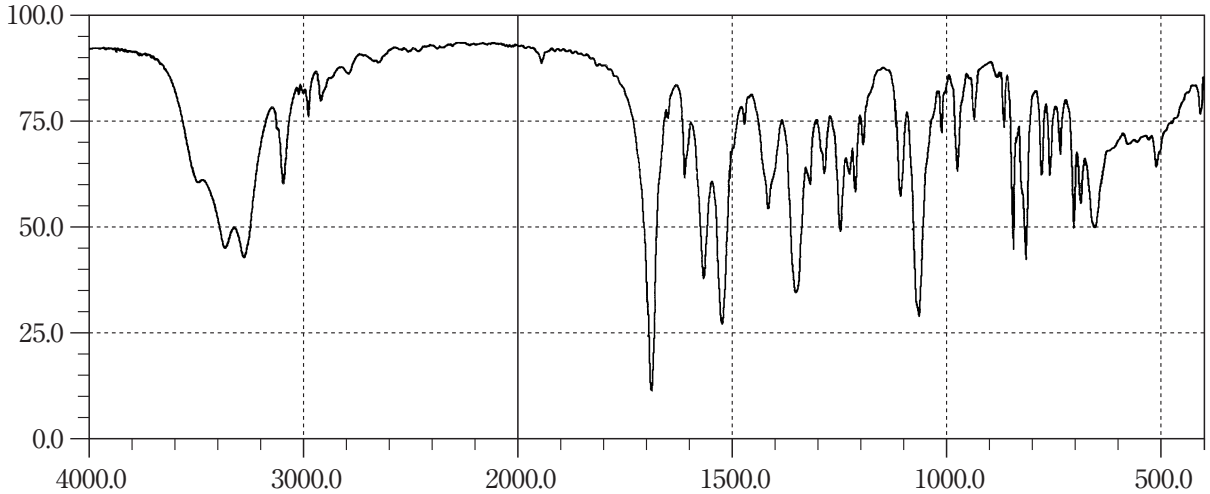
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロペラスチン塩酸塩



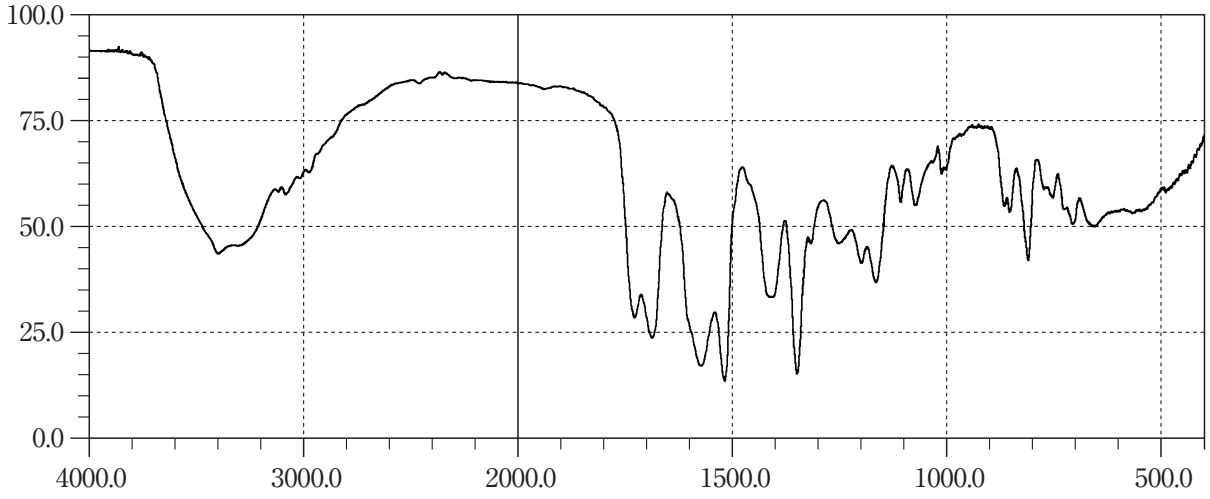
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

クロラムフェニコール



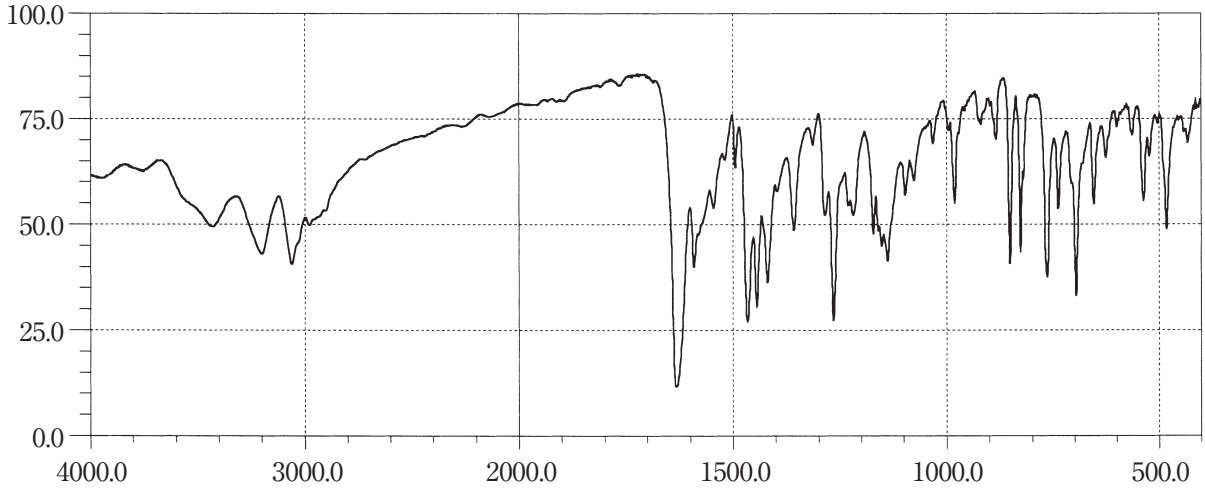
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム



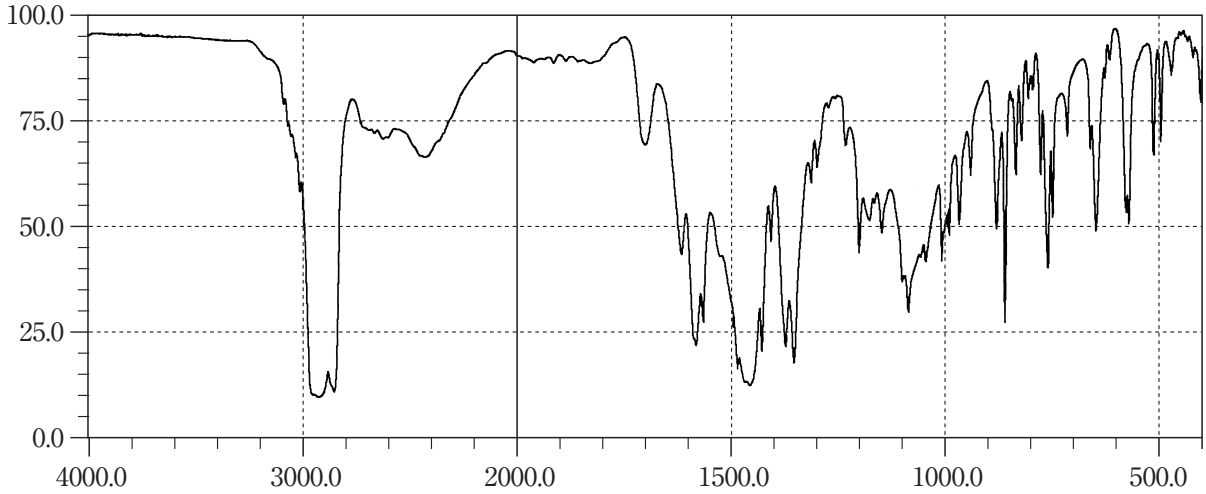
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロルジアゼポキシド



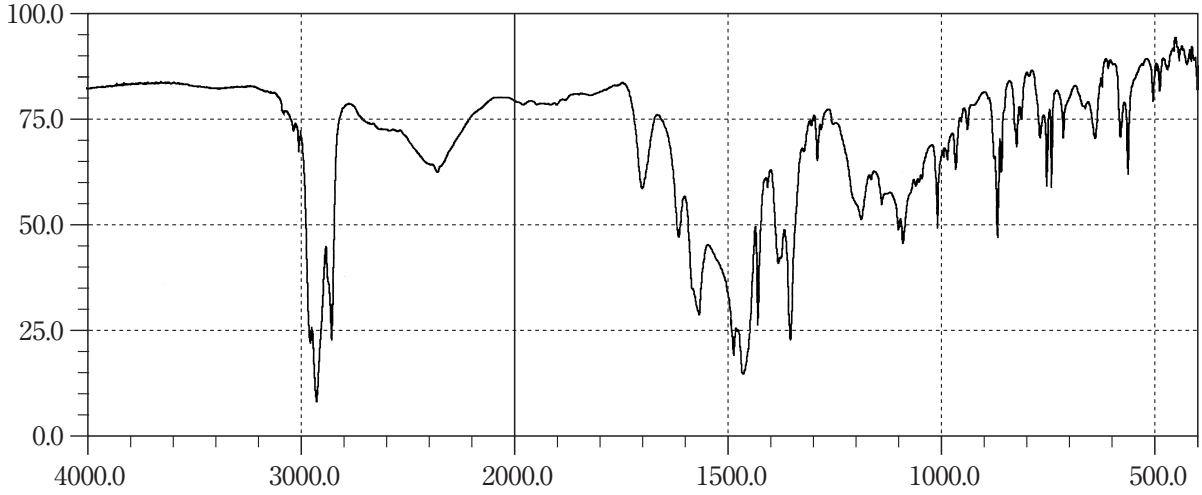
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロルフェニラミンマレイン酸塩



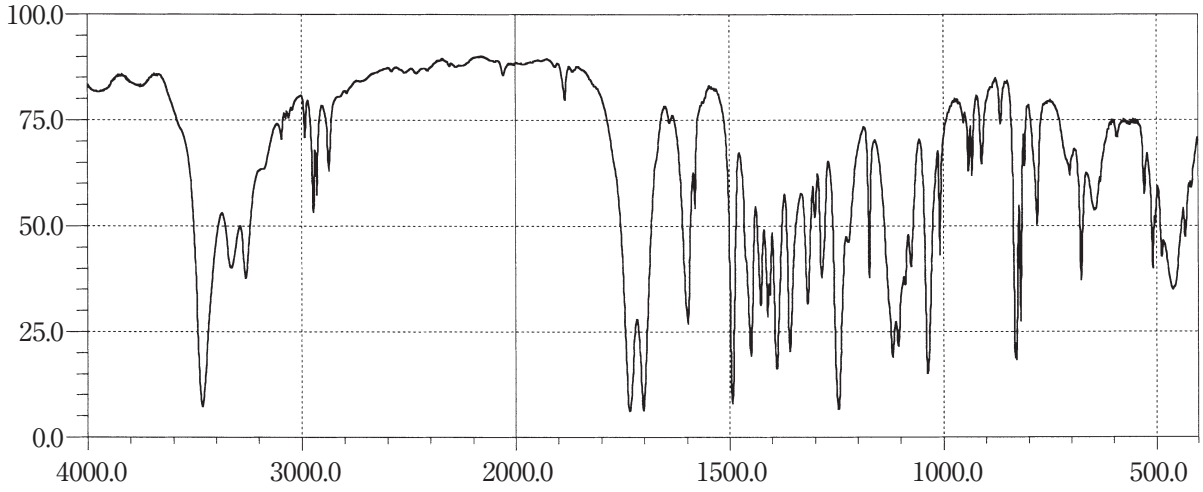
試料調製法：ペースト法

d-クロルフェニラミンマレイン酸塩



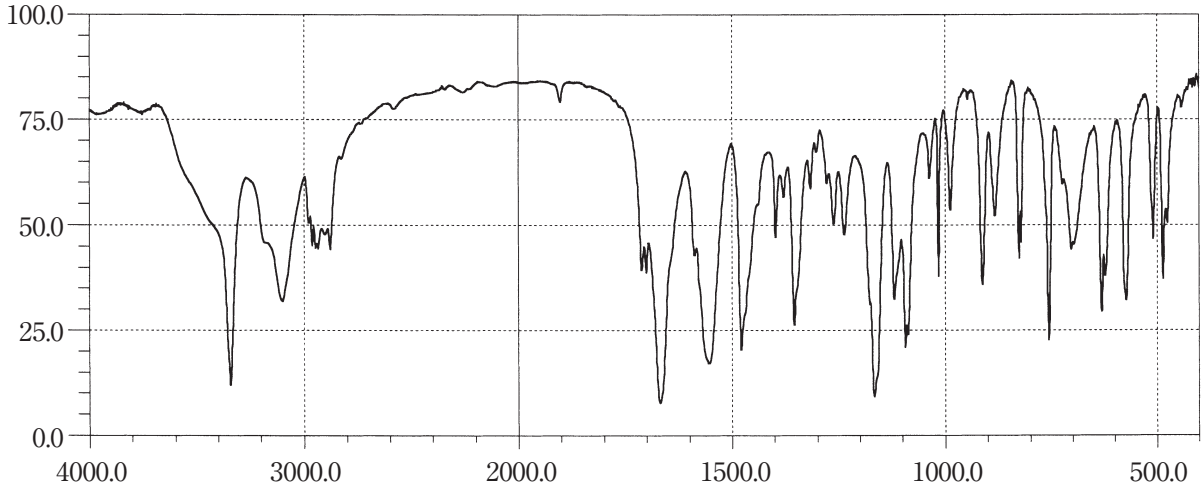
試料調製法：ペースト法

クロルフェネシンカルバミン酸エステル



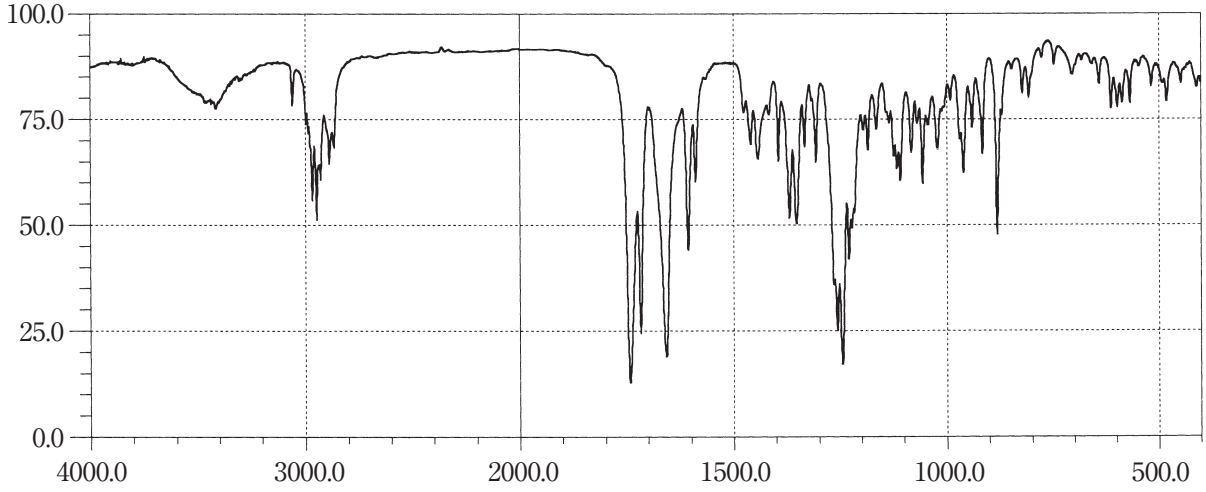
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロルプロパミド



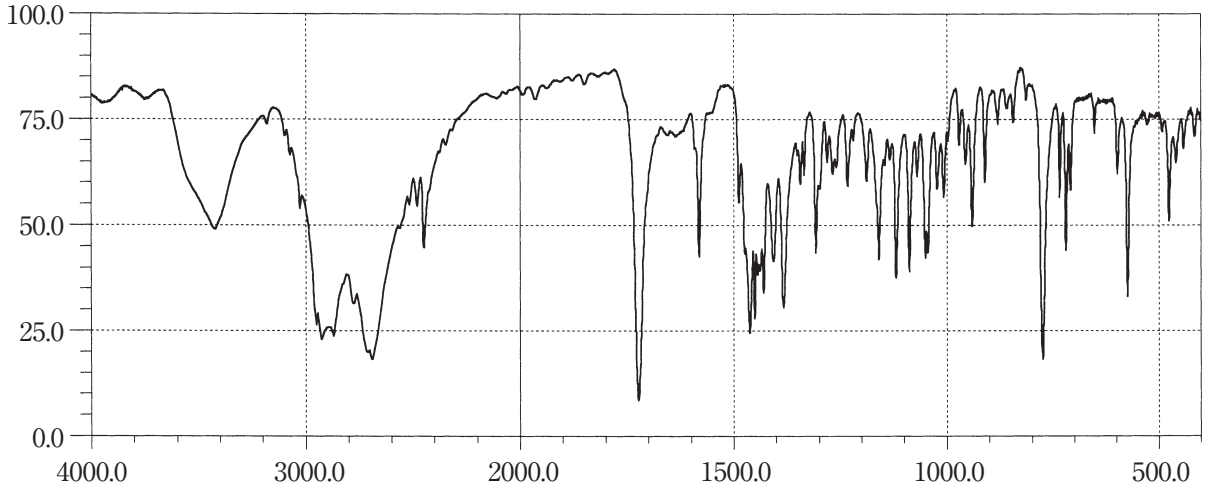
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

クロルマジノン酢酸エステル



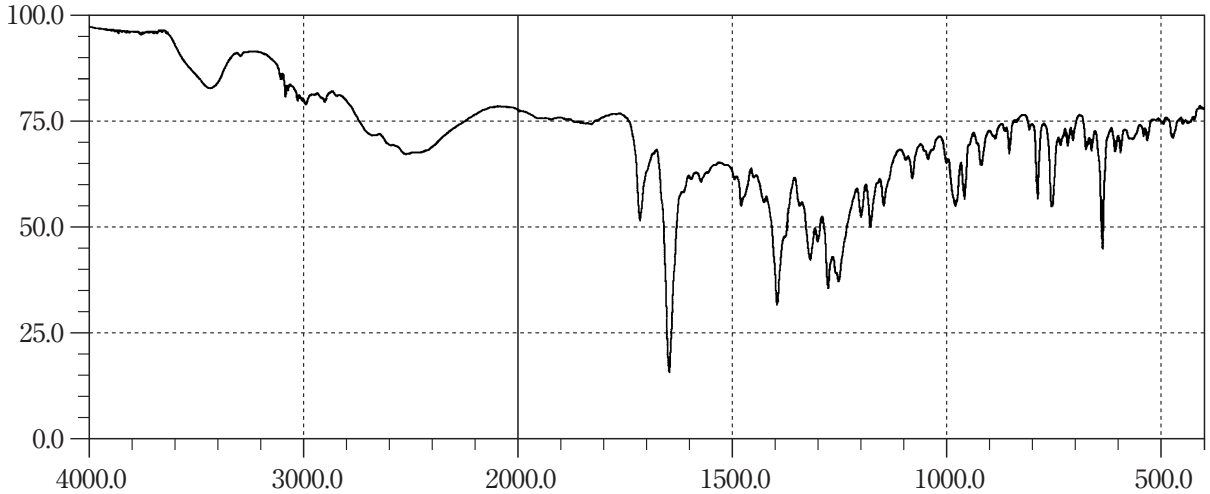
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ケタミン塩酸塩



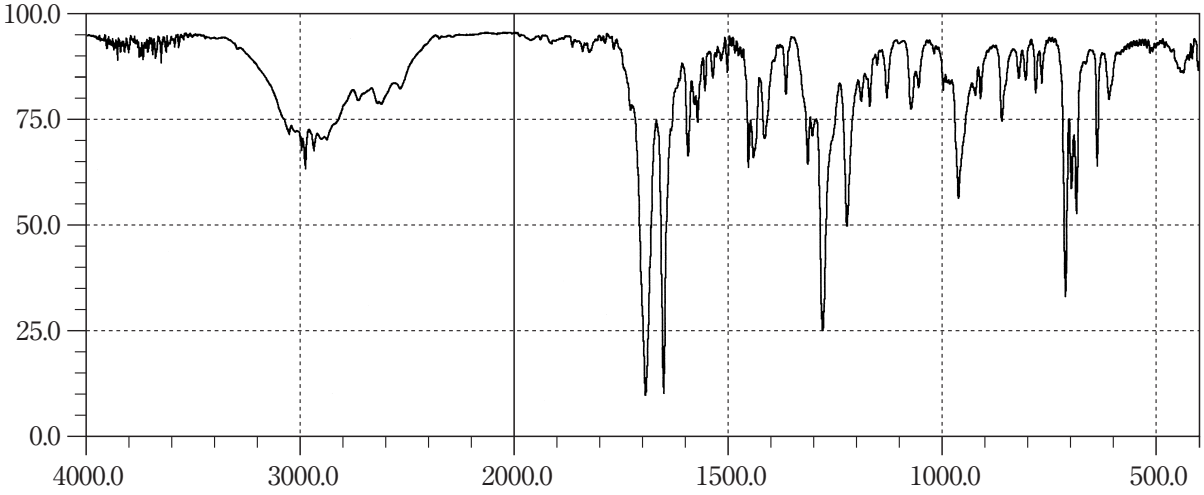
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ケトチフェンフマル酸塩



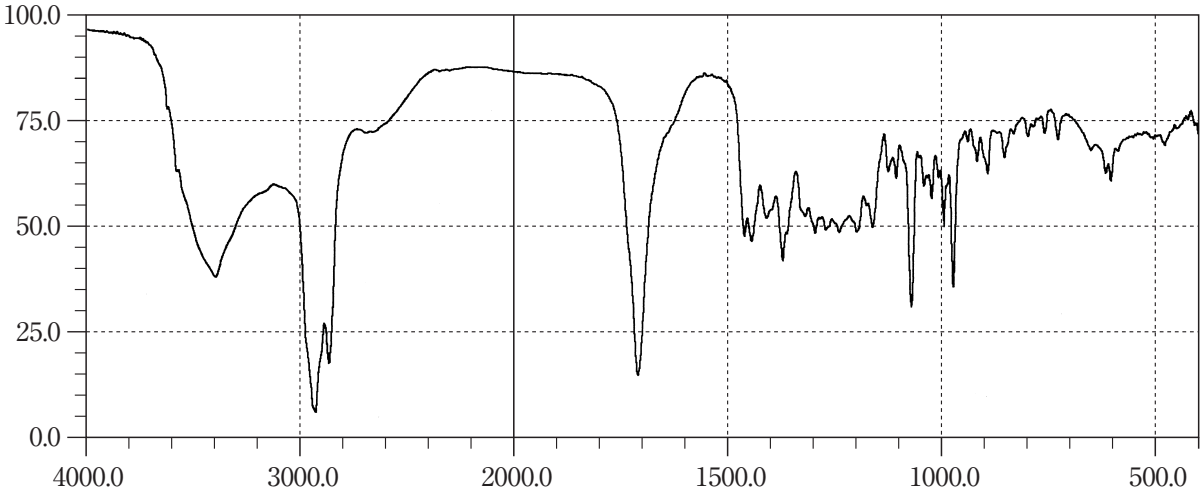
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ケトプロフェン



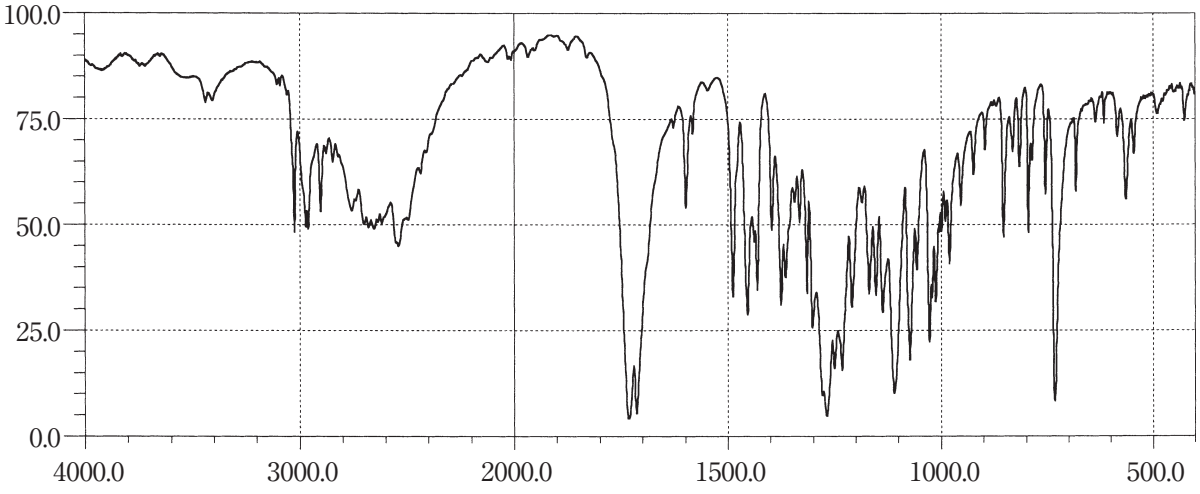
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ケノデオキシコール酸



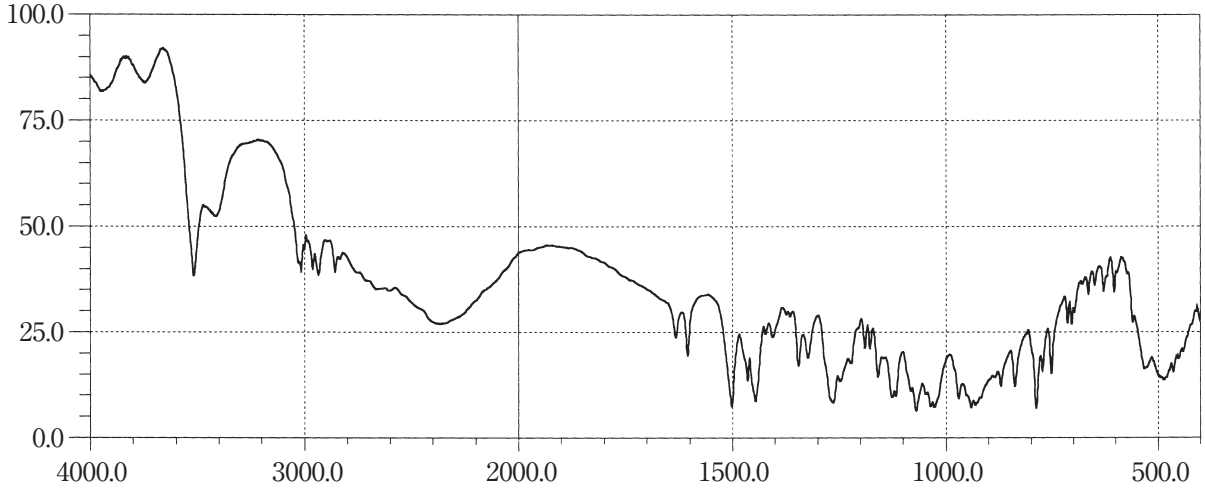
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

コカイン塩酸塩



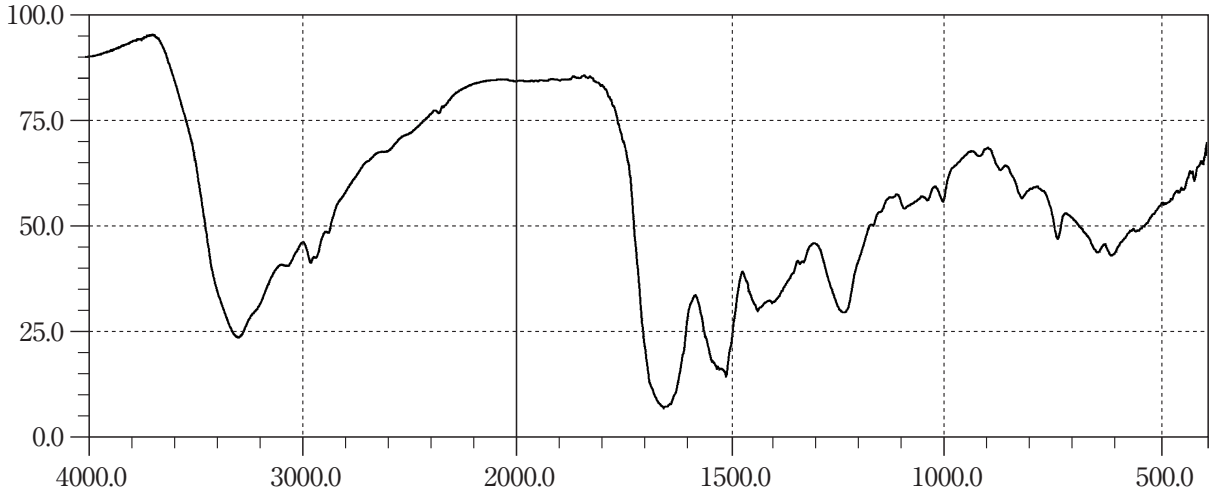
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

コデインリン酸塩水和物



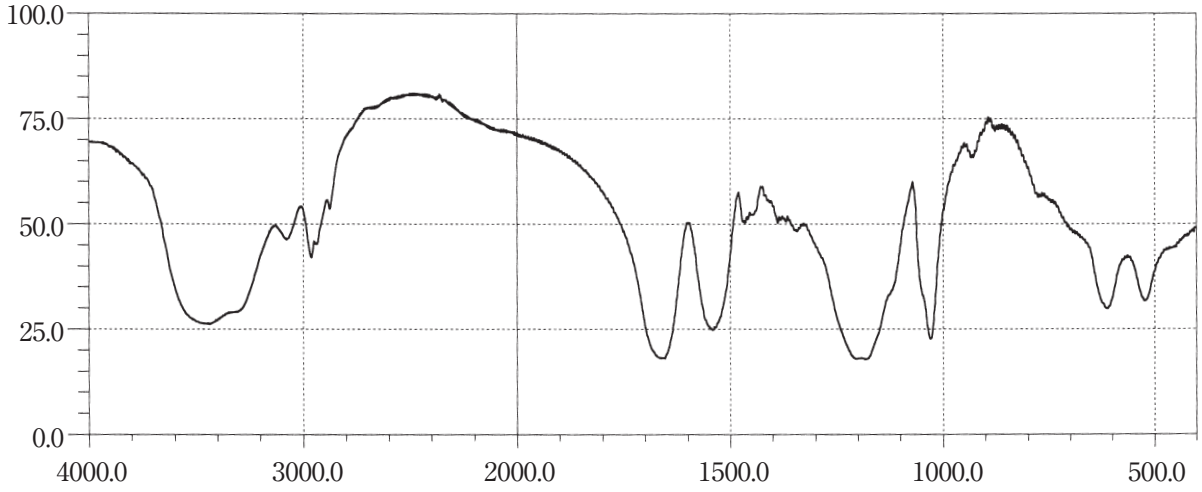
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ゴナドレリン酢酸塩



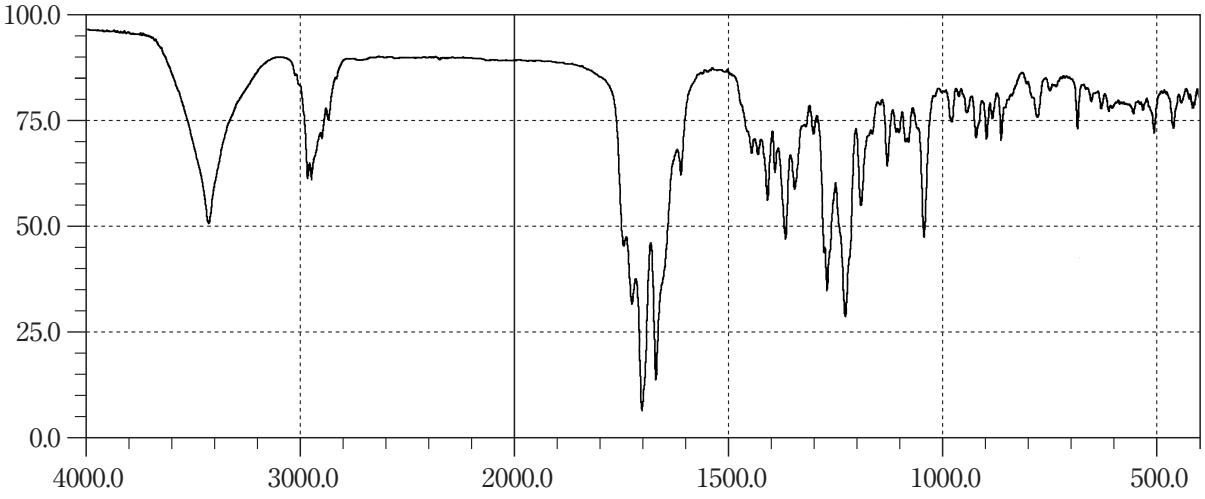
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム



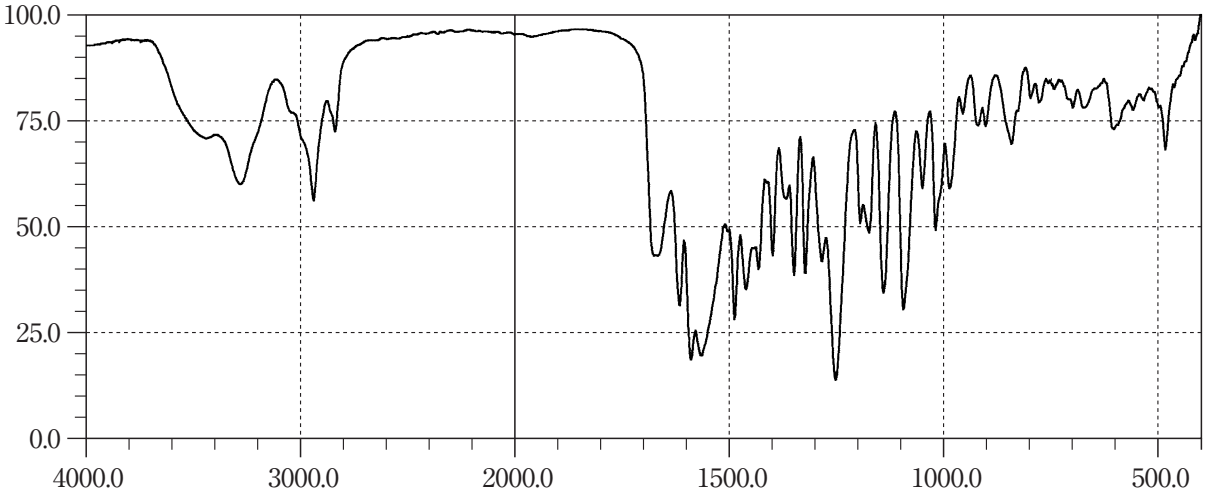
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

コルチゾン酢酸エステル



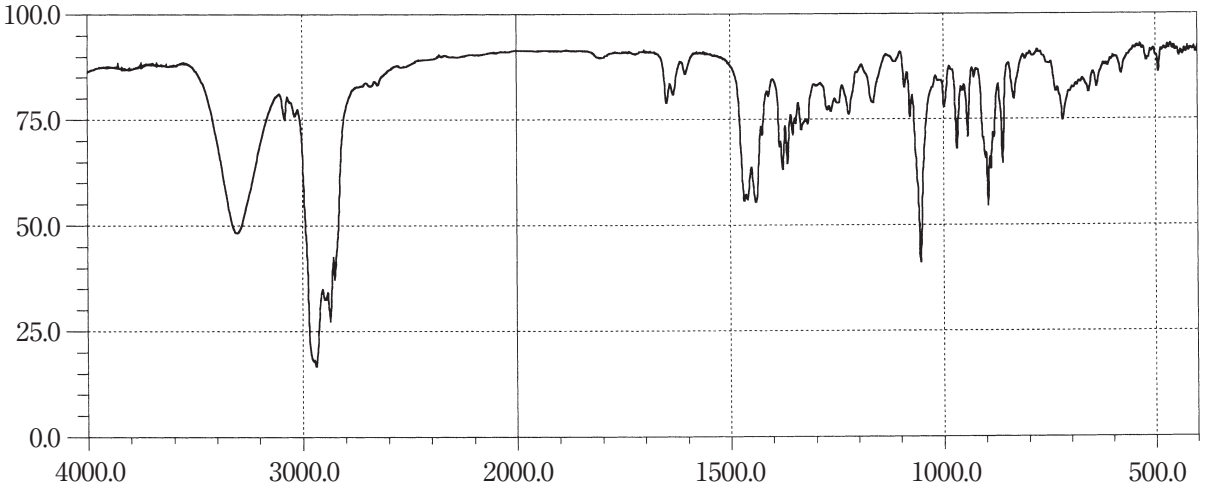
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

コルヒチン



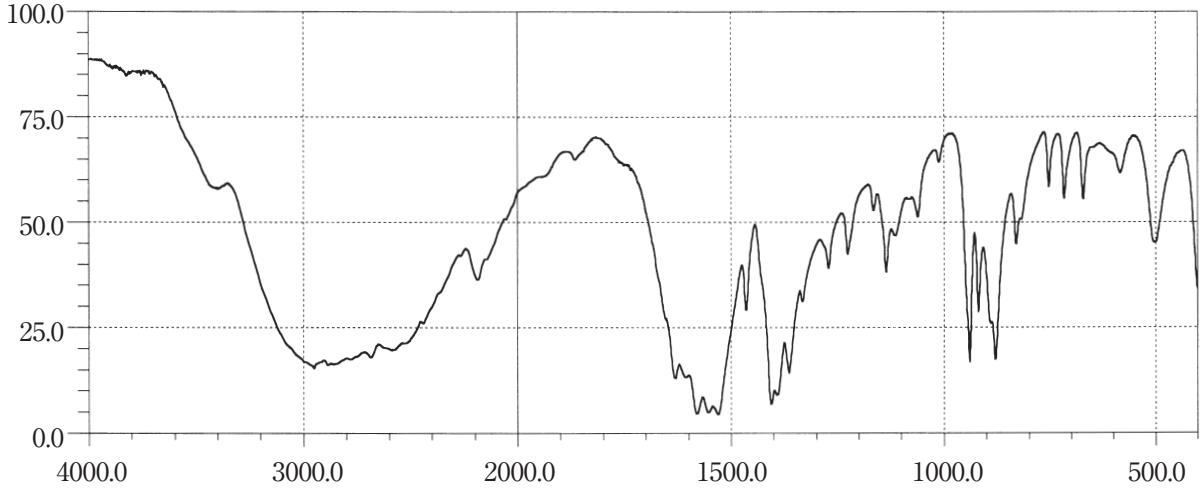
試料調製法：臭化カリウム錠剤法
本品のメタノール溶液(1→50)0.5mL + 臭化カリウム 1g, 減圧乾燥(80 ℃, 1時間)

コレカルシフェロール



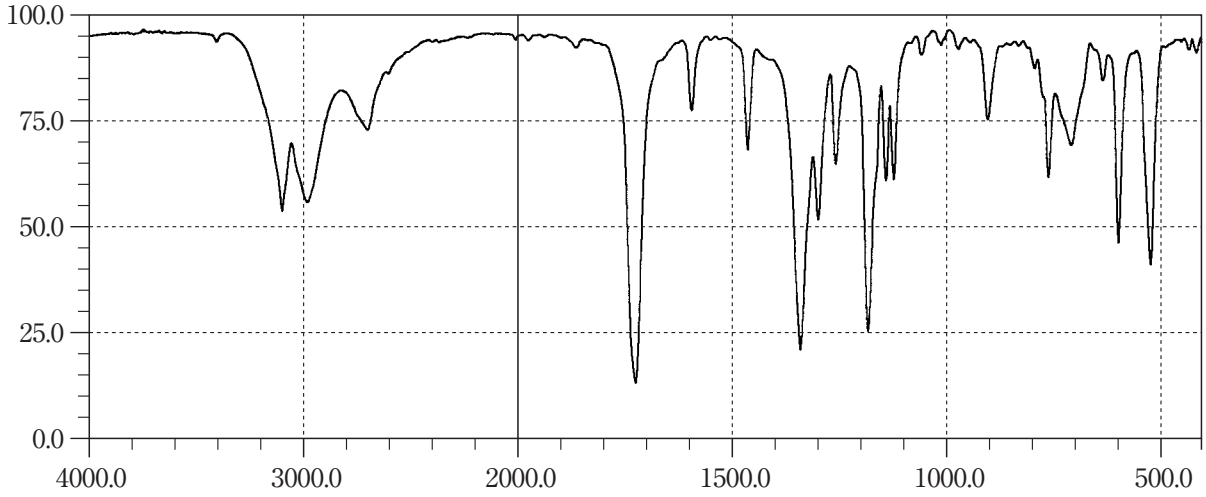
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

サイクロセリン



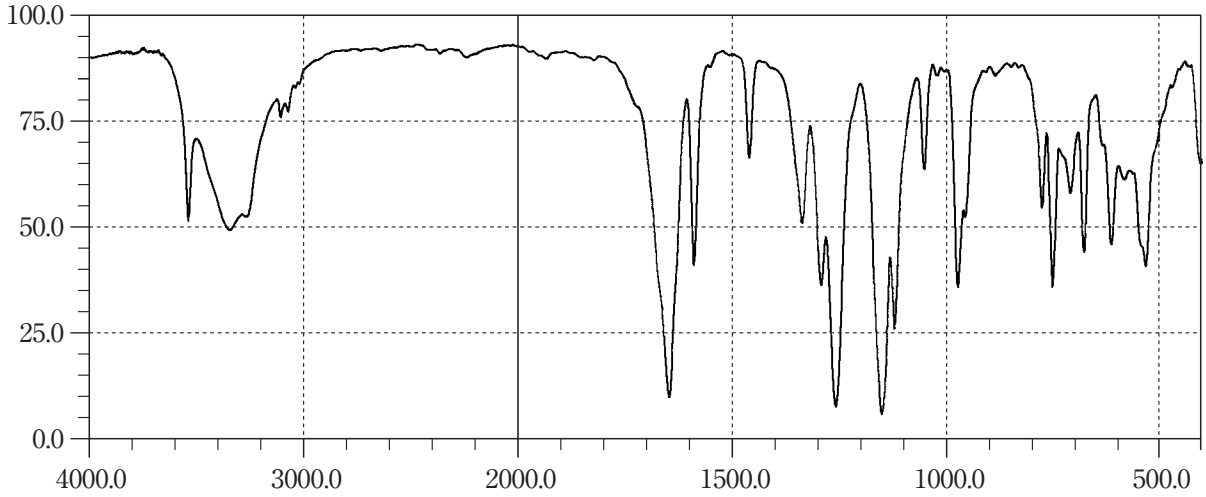
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

サッカリン



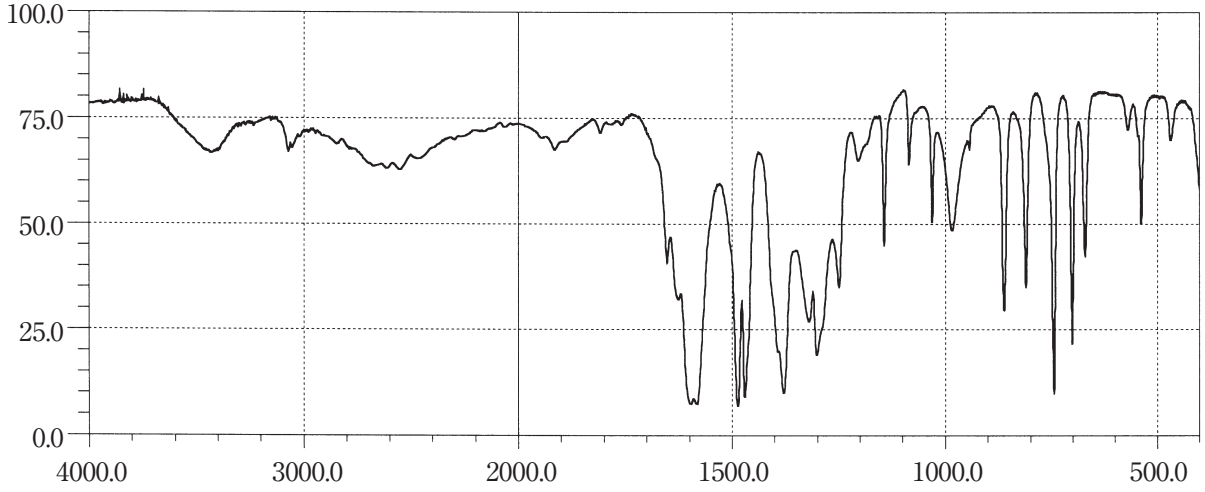
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

サッカリンナトリウム水和物



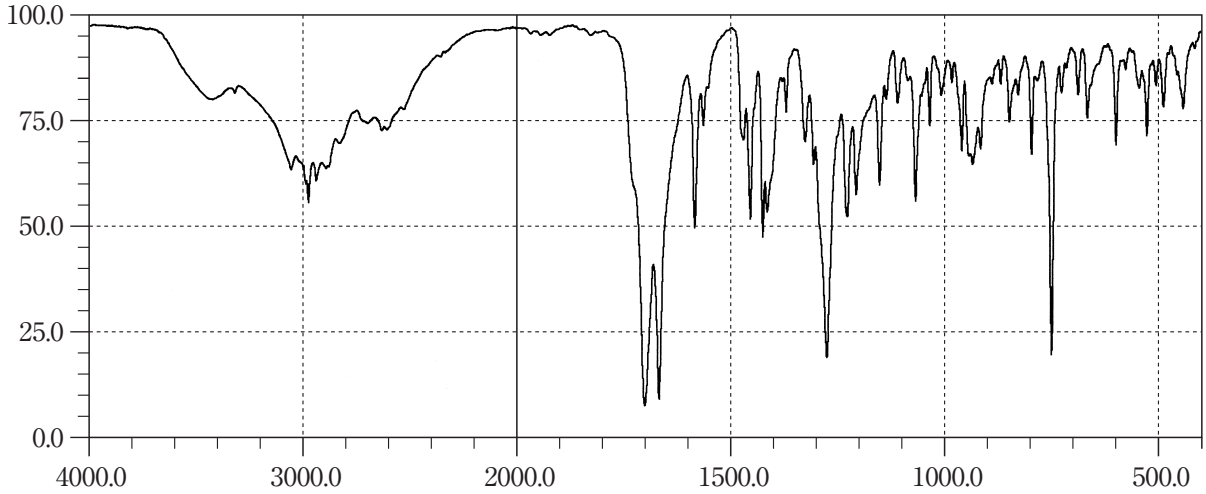
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

サリチル酸ナトリウム



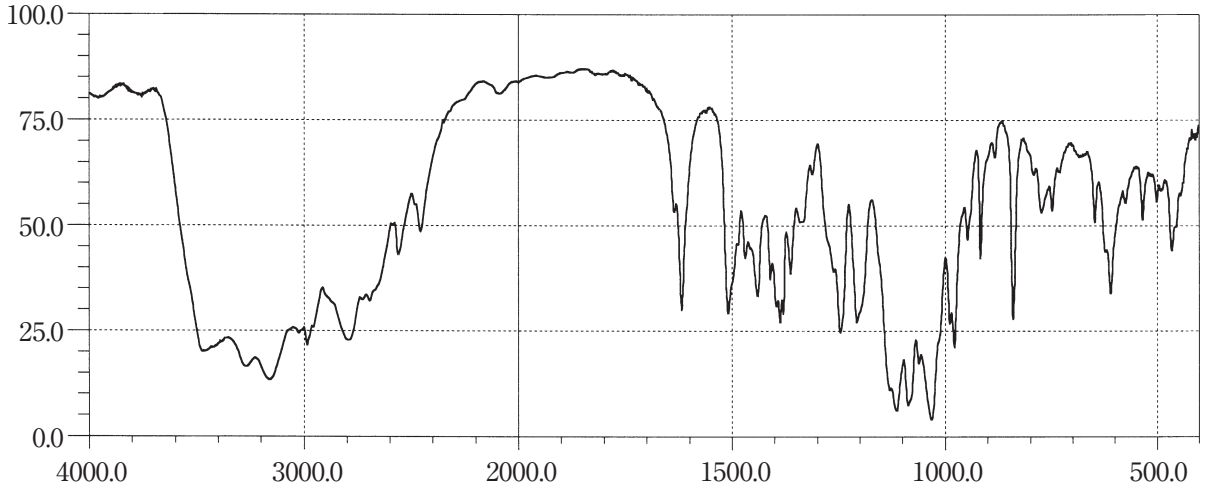
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ザルトプロフェン



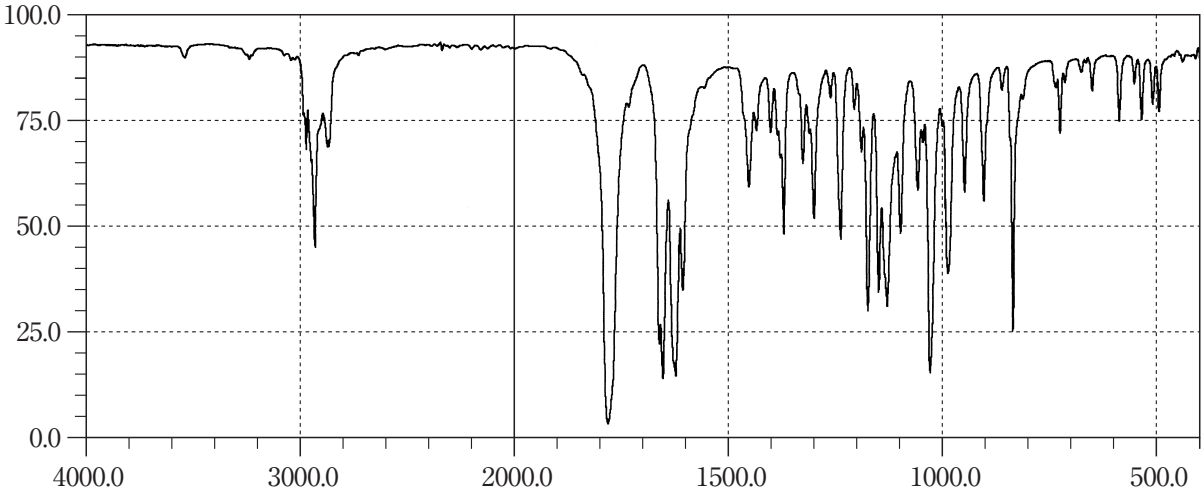
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

サルブタモール硫酸塩



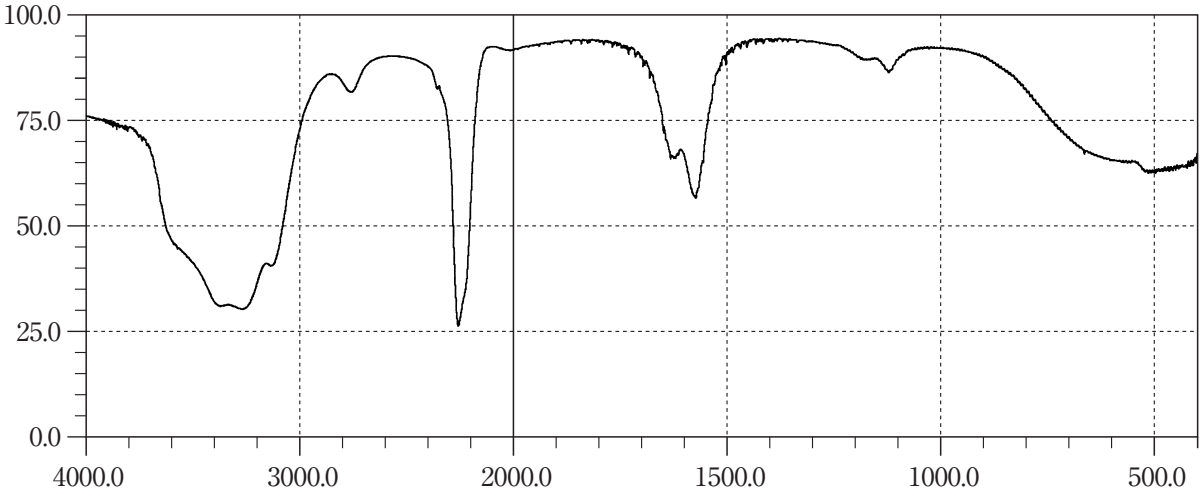
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

サントニン



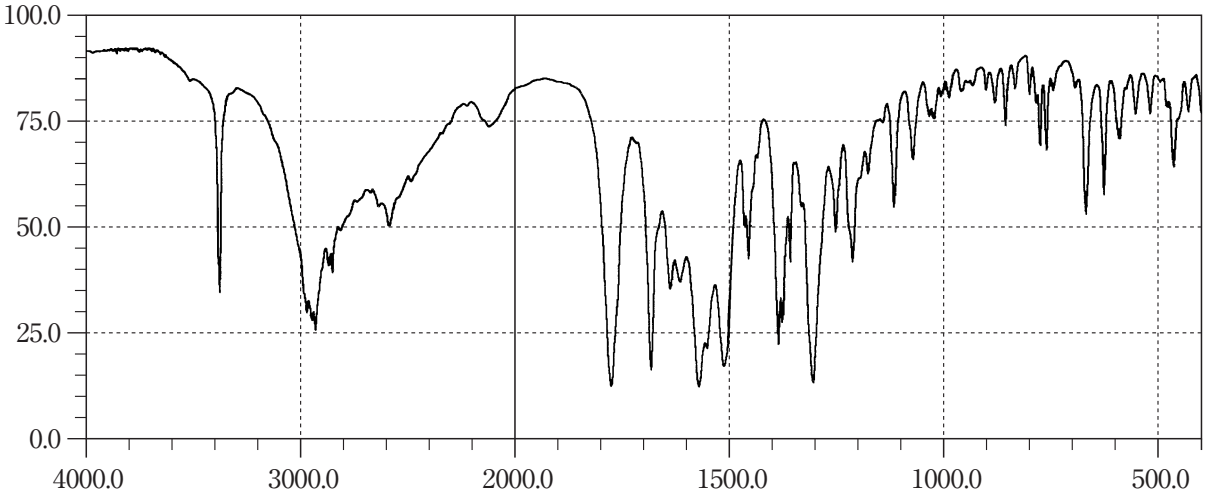
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シアナミド



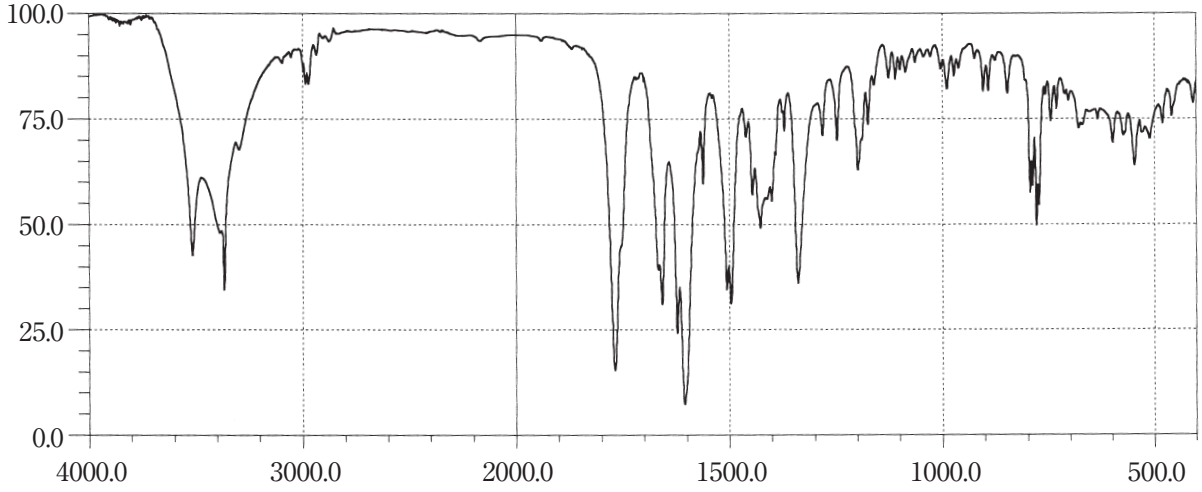
試料調製法：薄膜法（アセトン溶液（1→100）1～2滴を臭化カリウム錠剤に滴加し，風乾した後）

シクラシリン



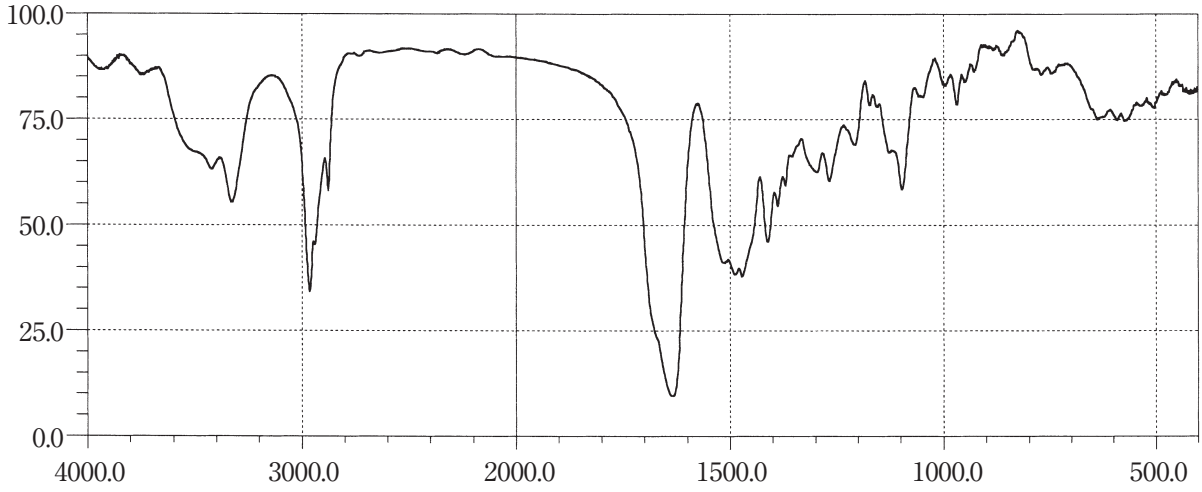
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジクロキサシリンナトリウム水和物



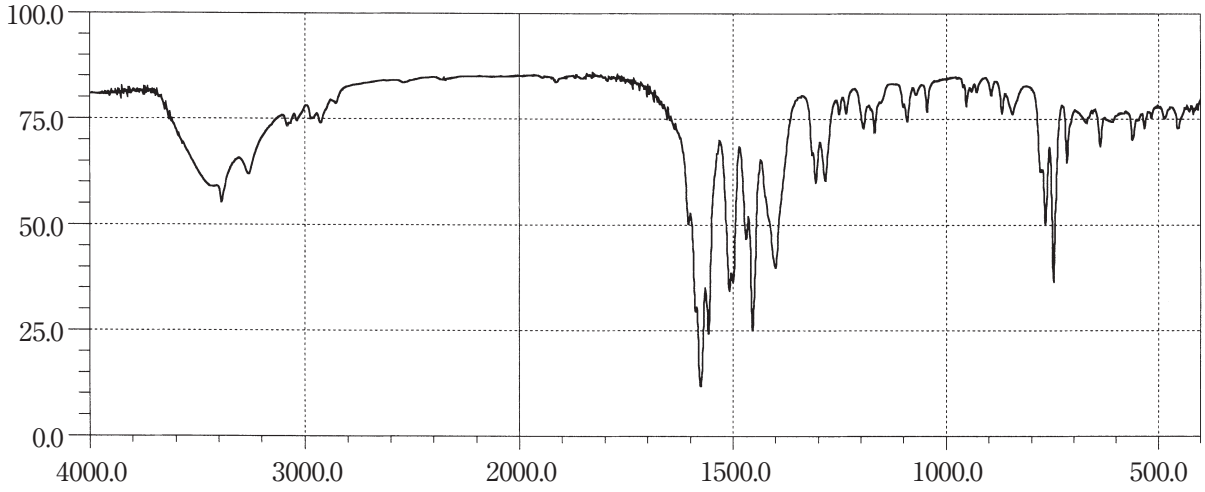
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シクロスポリン



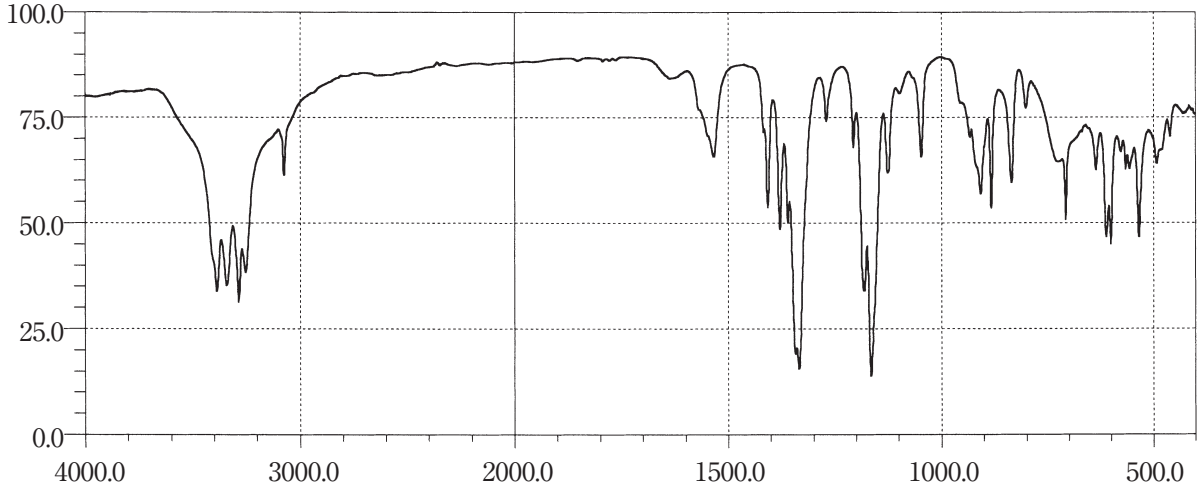
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジクロフェナクナトリウム



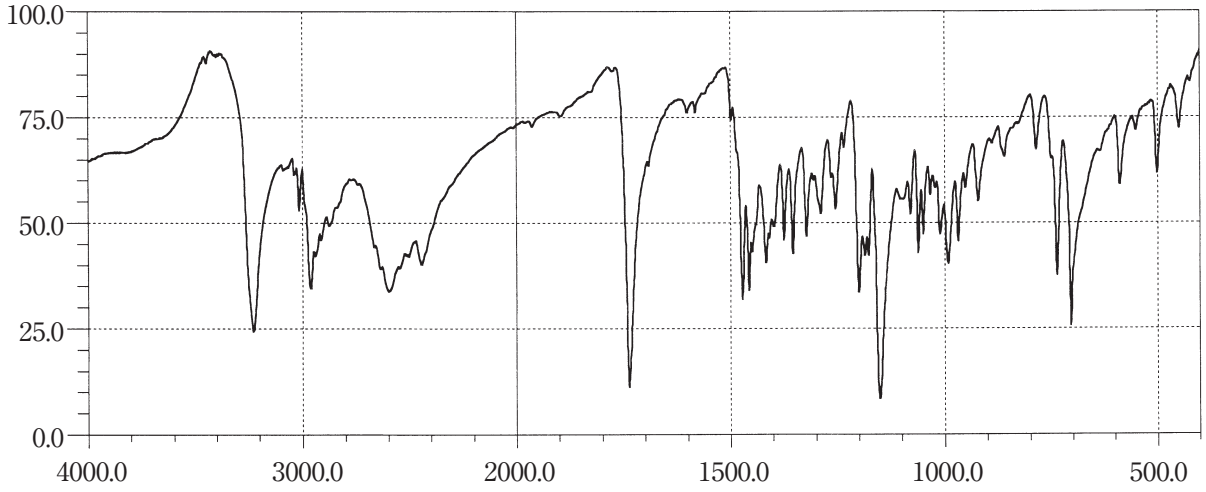
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジクロフェナミド



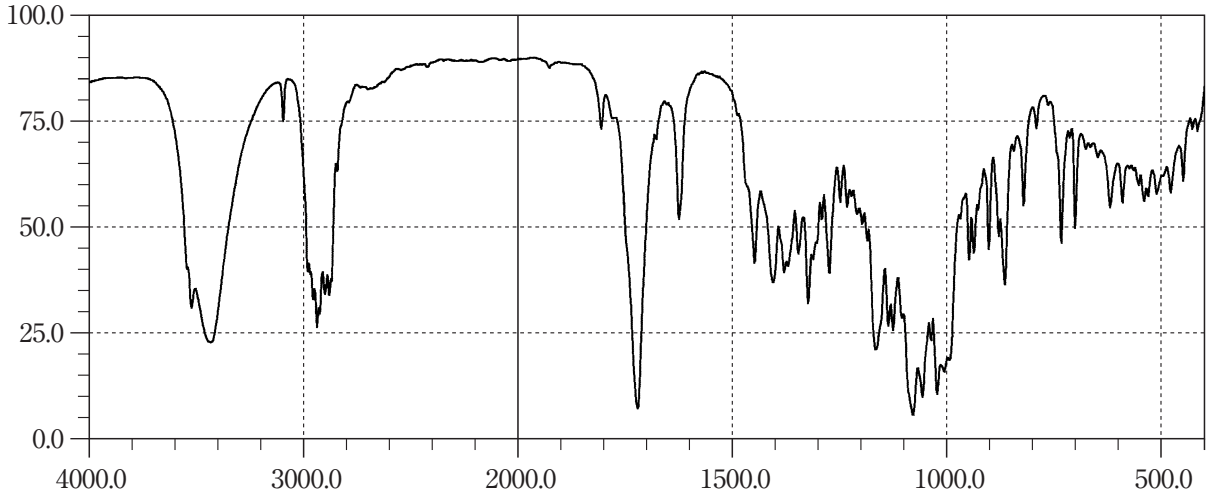
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シクロペントラート塩酸塩



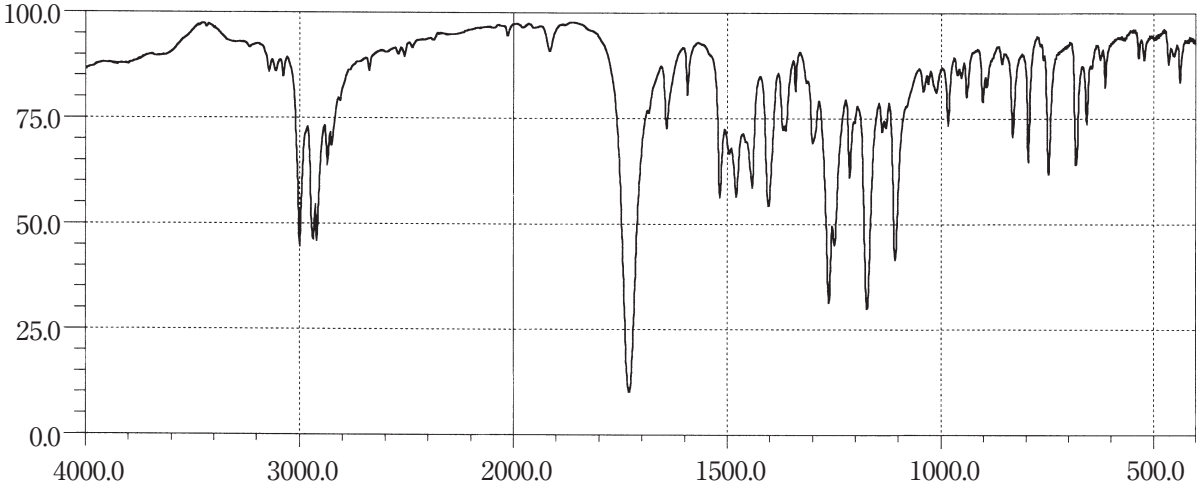
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ジゴキシン



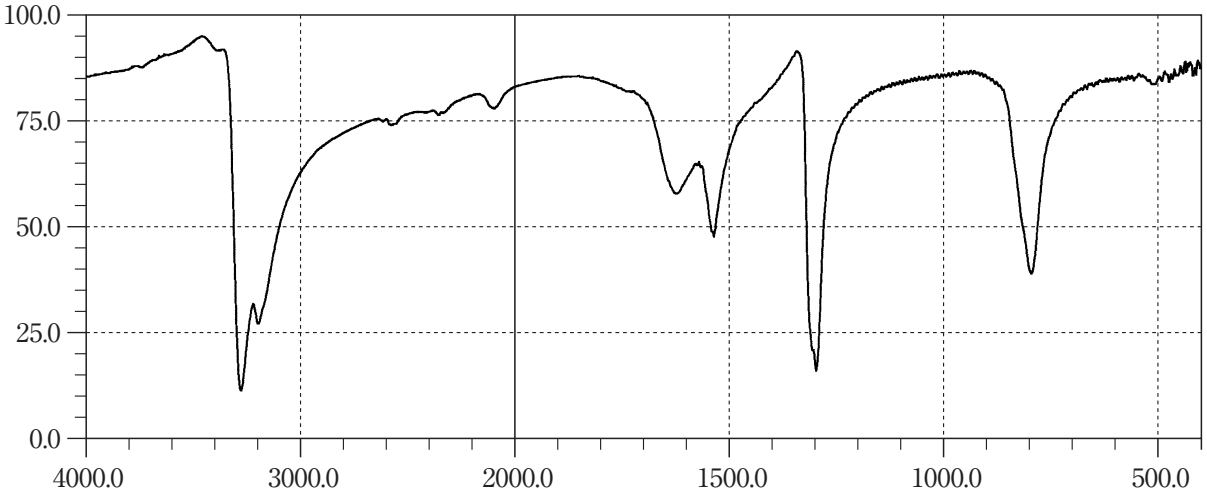
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジスチグミン臭化物



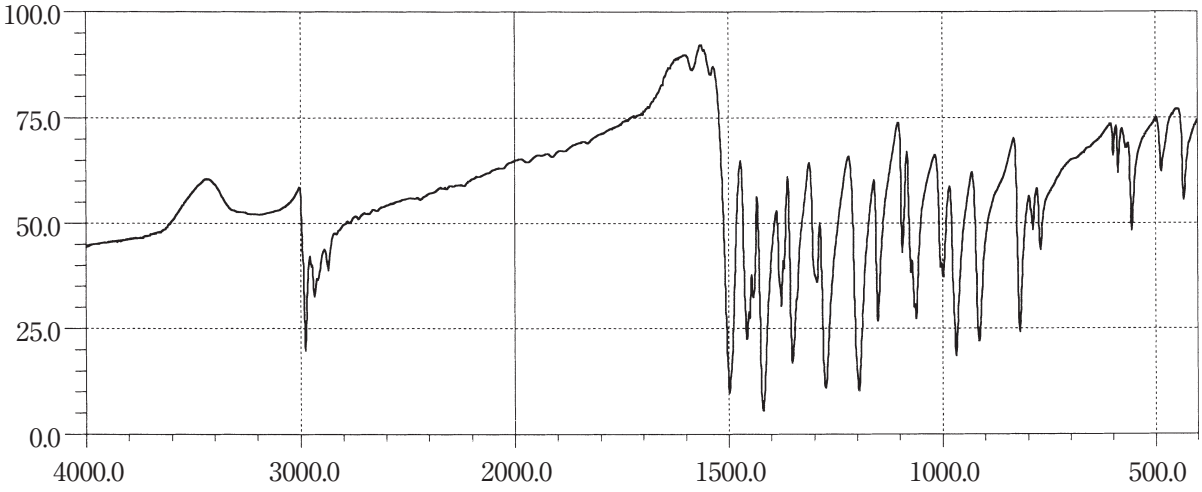
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シスプラチン



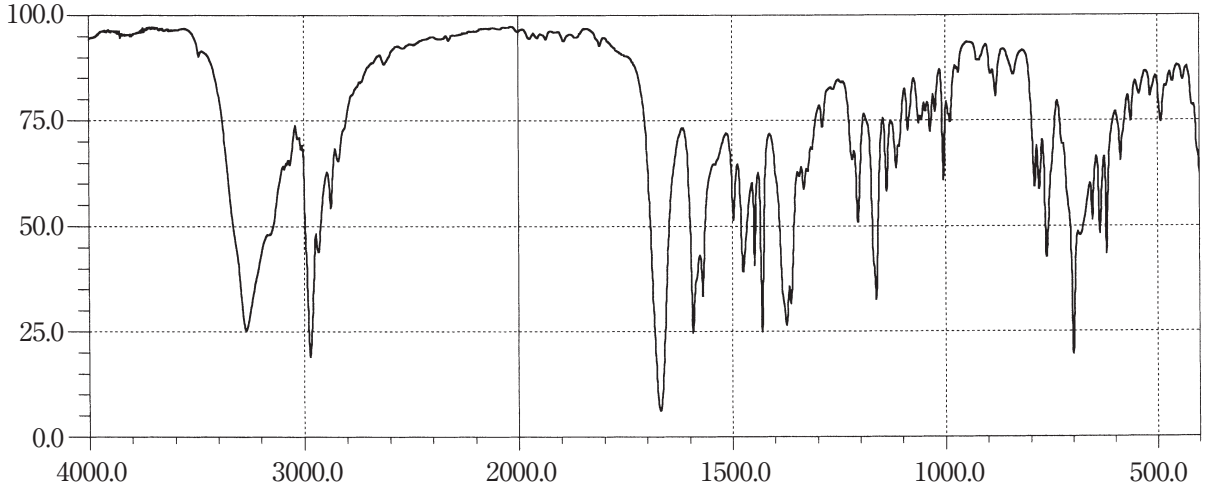
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジスルフィラム



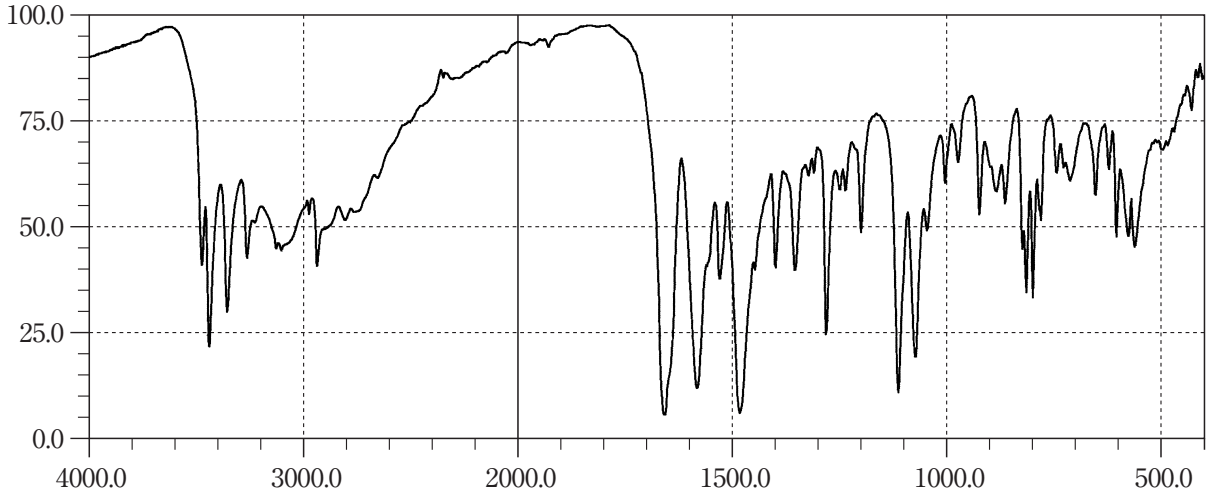
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジソピラミド



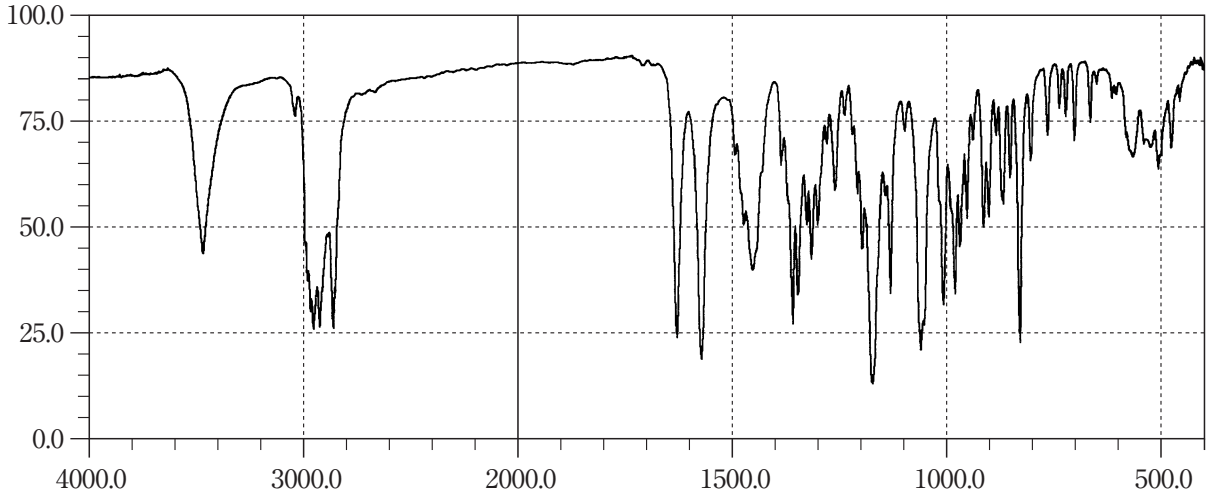
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シタラビン



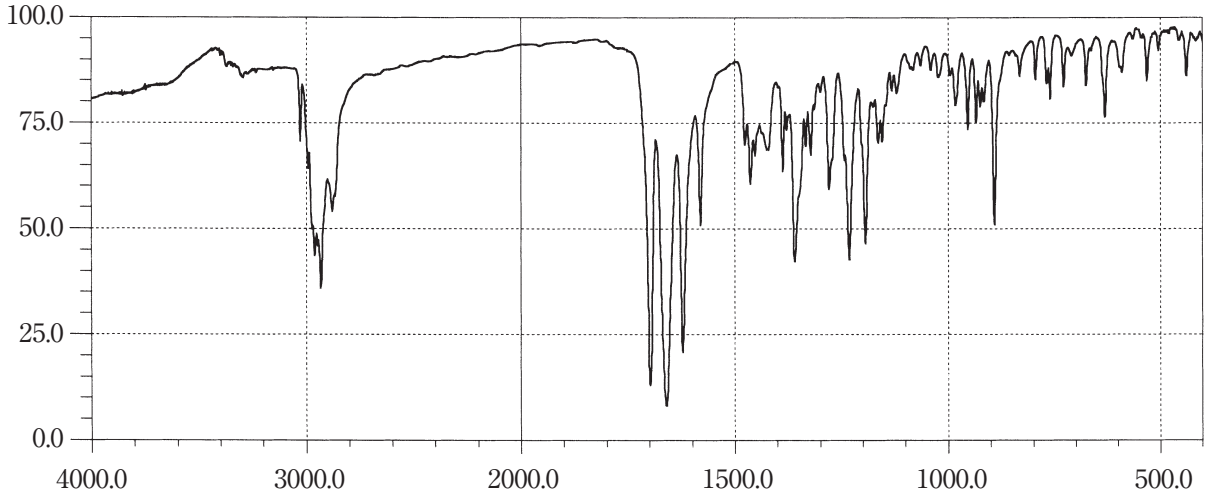
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シッカニン



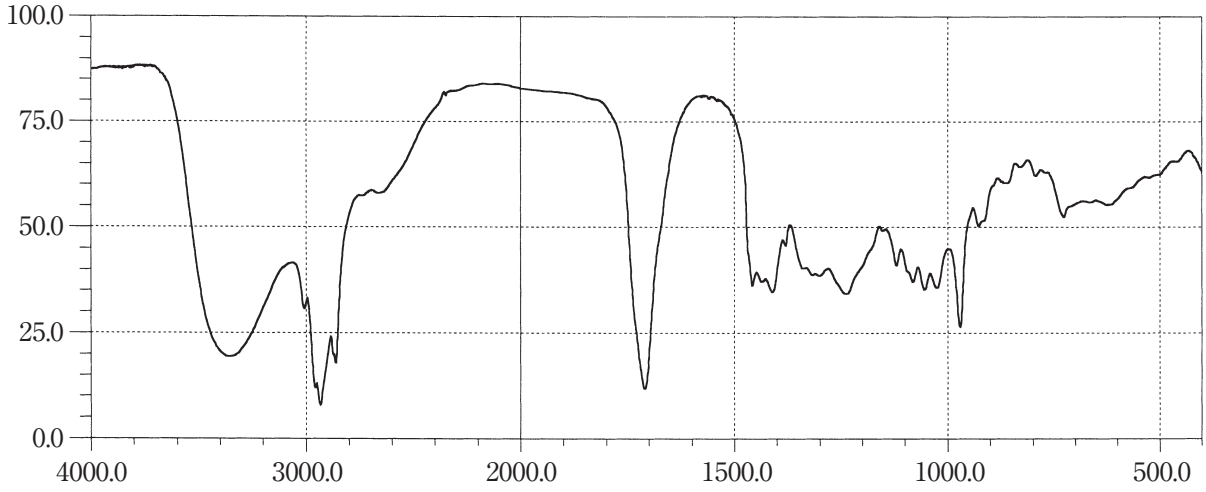
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジドロゲステロン



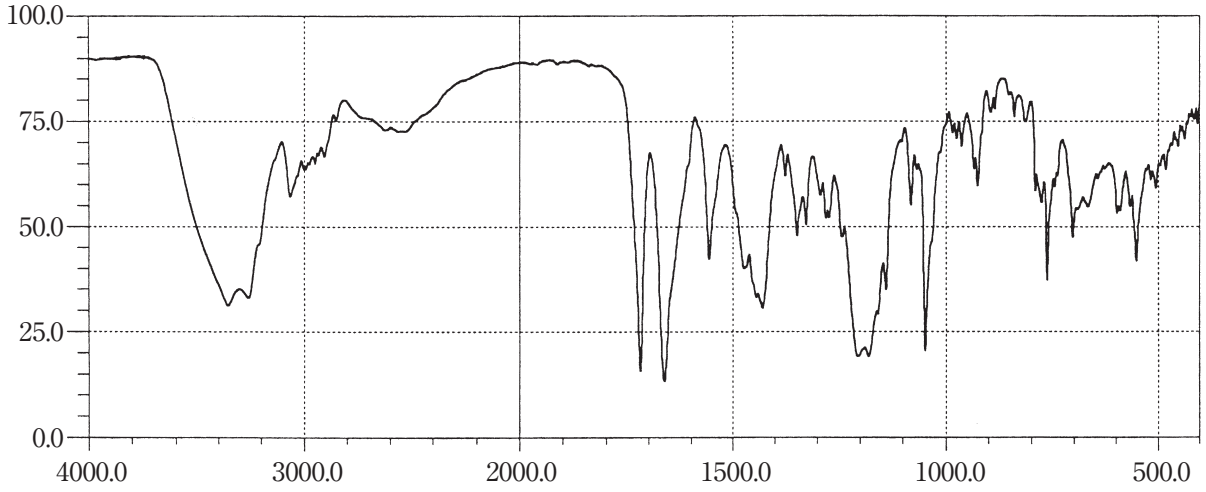
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジノプロスト



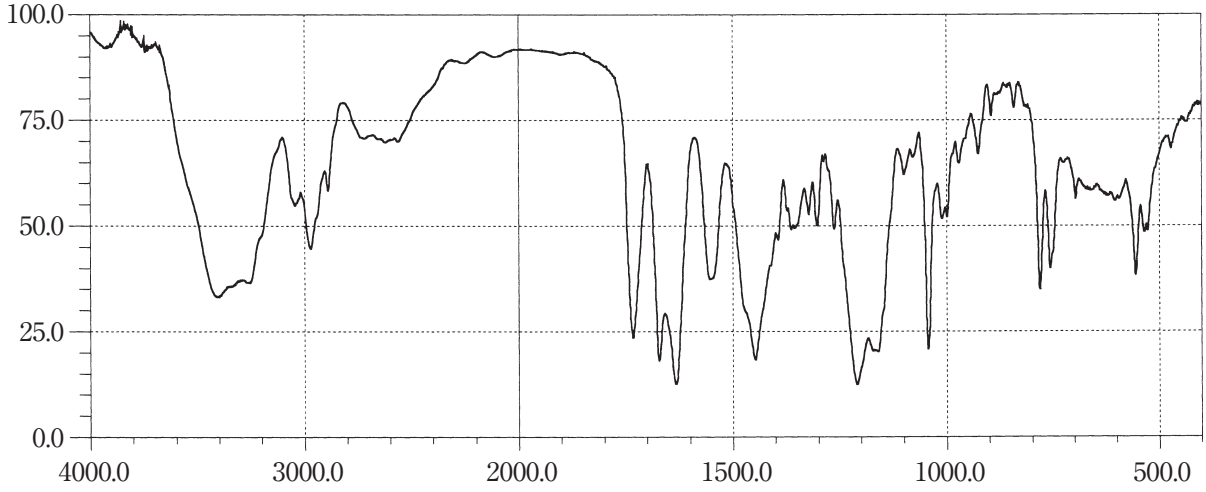
試料調製法：液膜法

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩



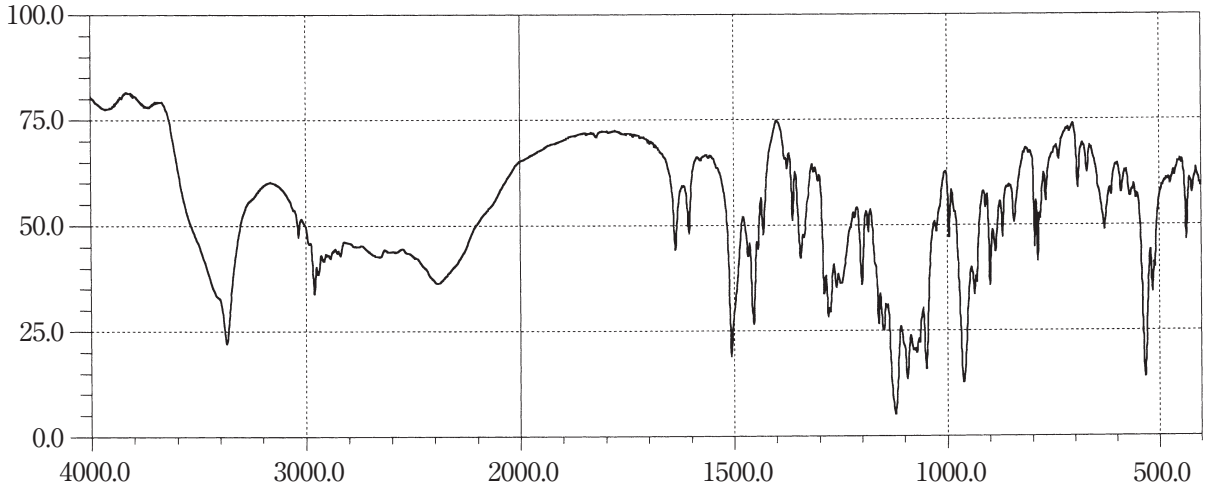
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩



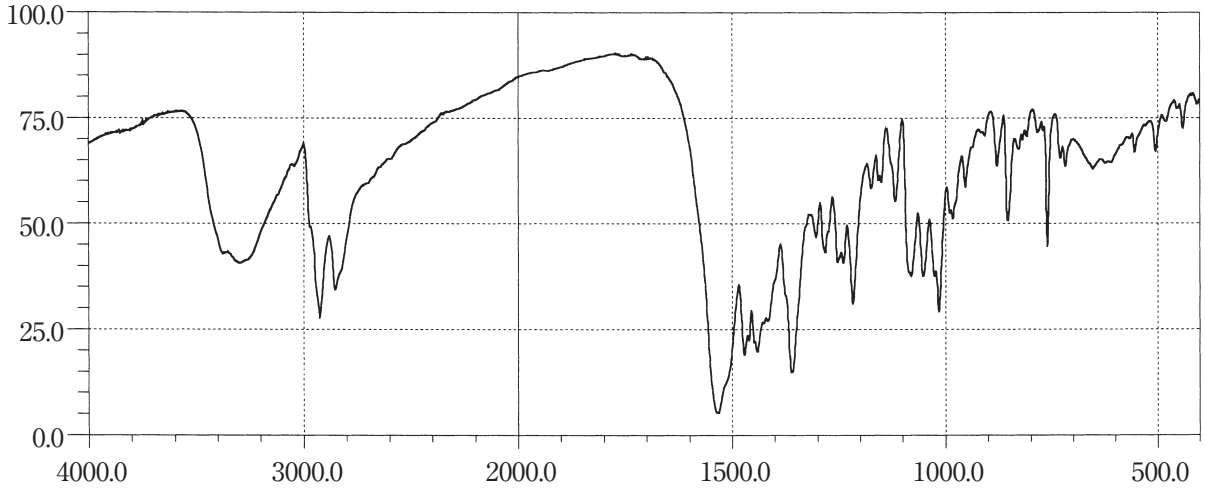
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジヒドロコデインリン酸塩



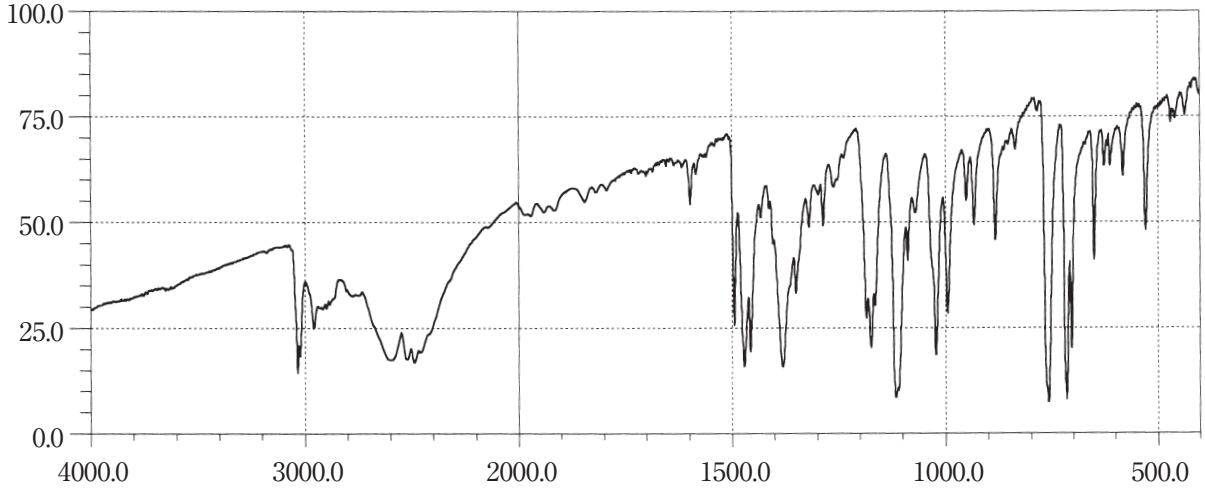
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジピリダモール



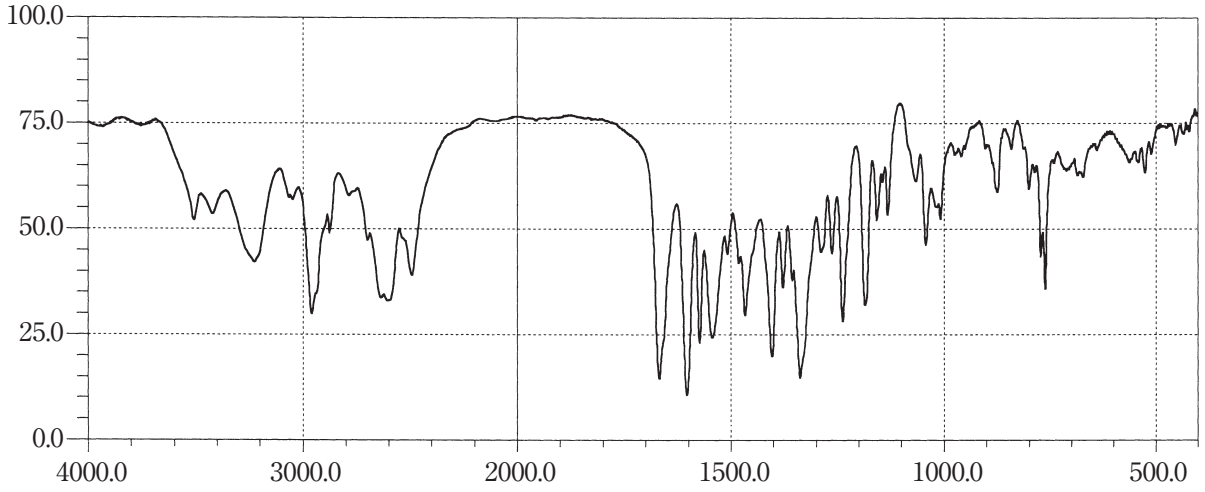
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジフェンヒドラミン塩酸塩



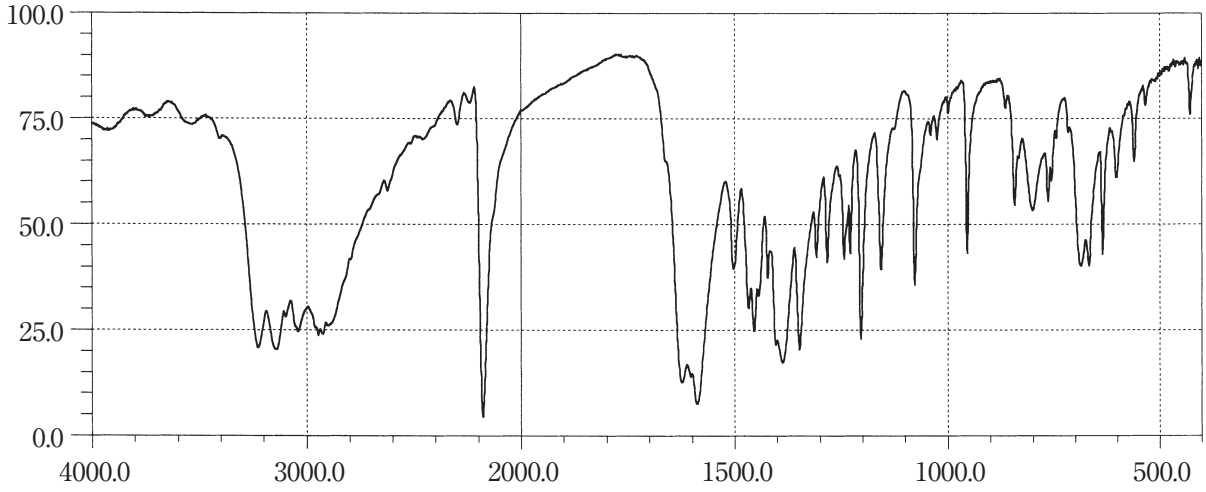
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ジブカイン塩酸塩



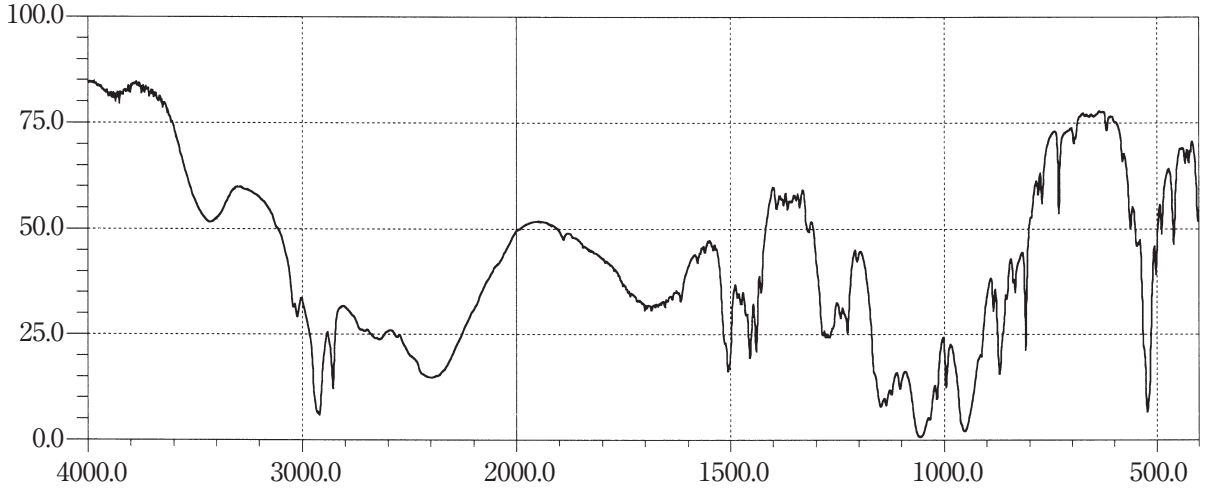
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シメチジン



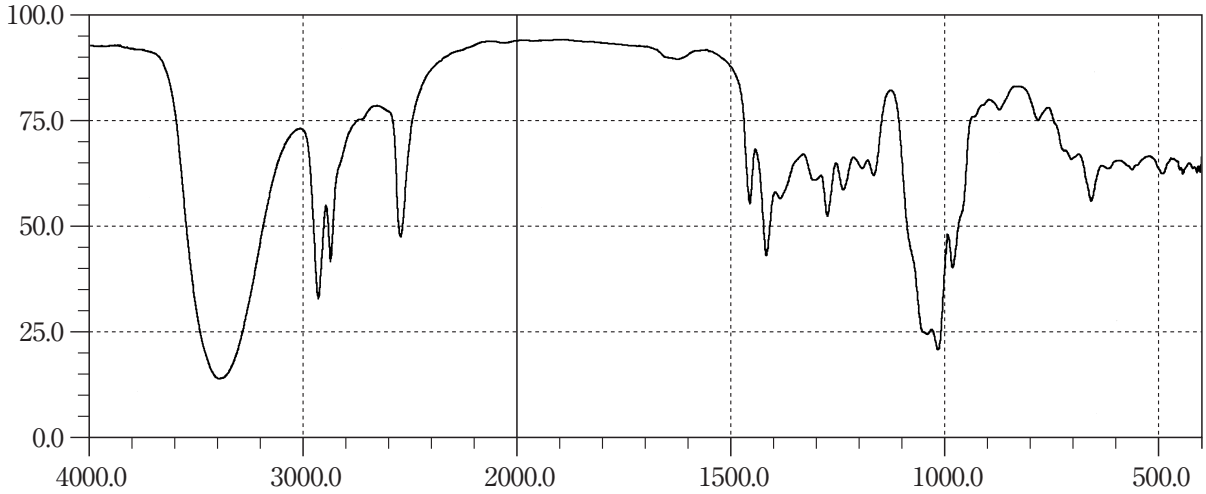
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジメモルファンリン酸塩



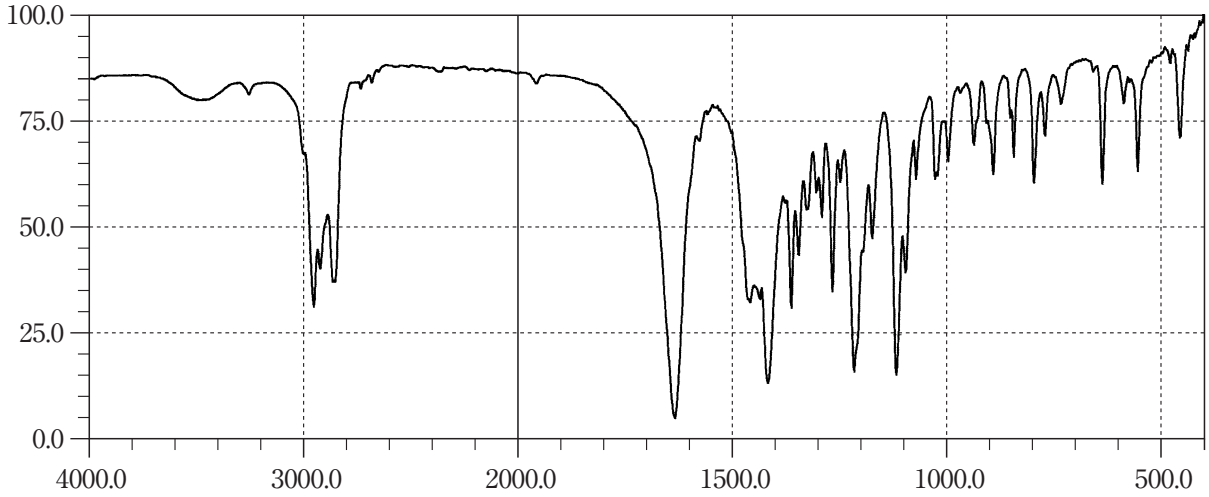
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジメルカプロール



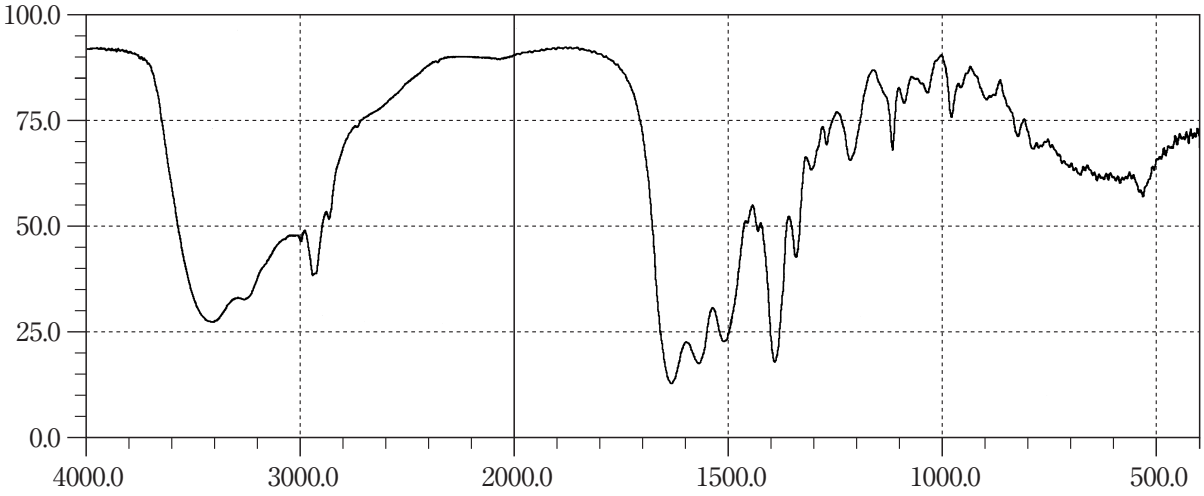
試料調製法：液膜法

ジモルホラミン



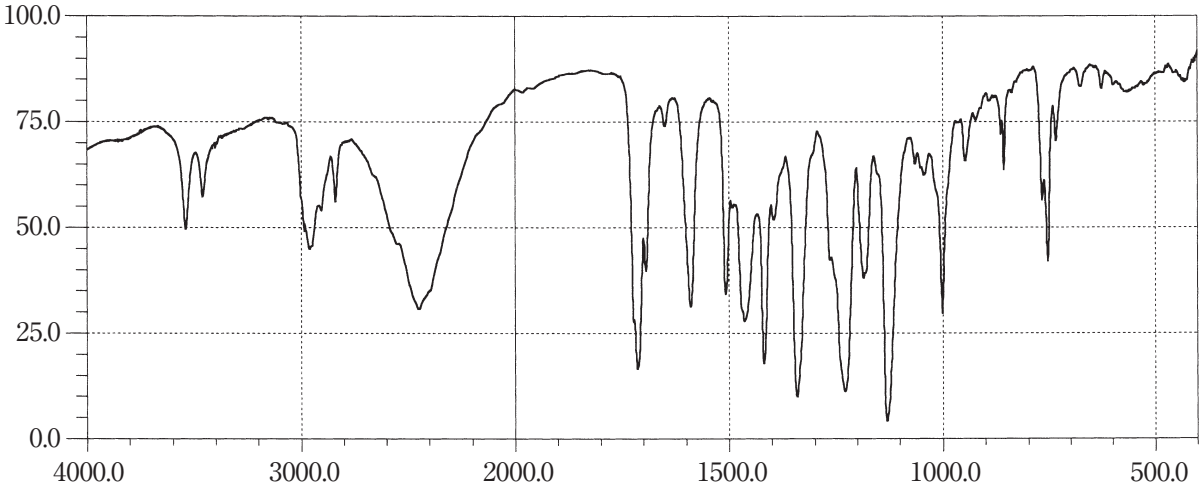
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

シラスタチンナトリウム



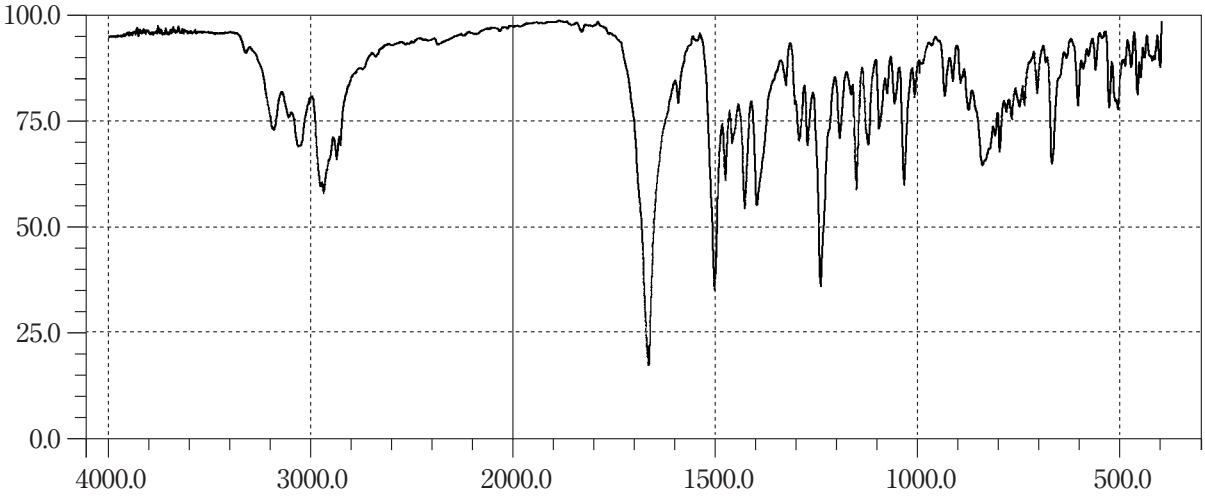
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ジラゼプ塩酸塩水和物



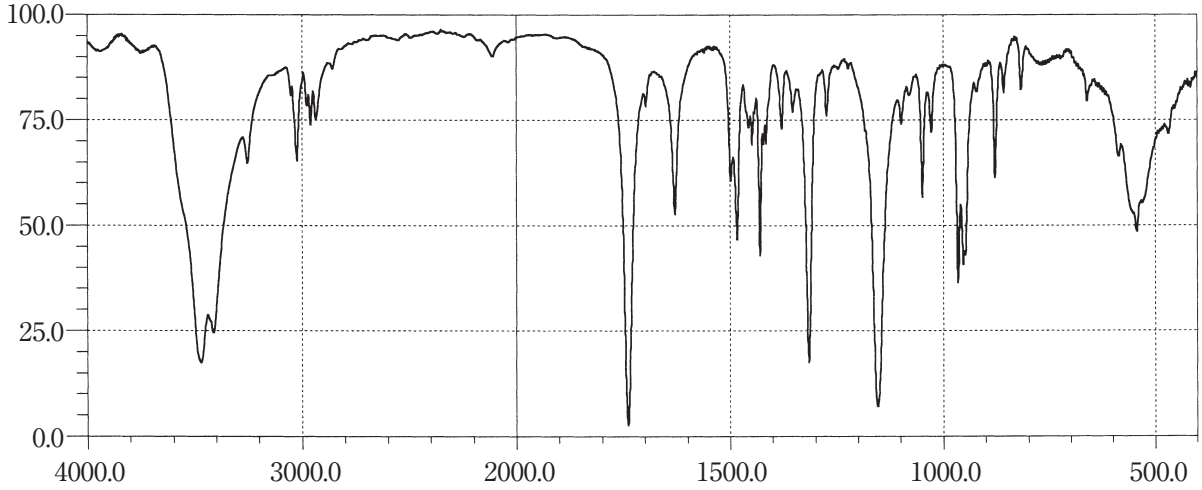
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

シロスタゾール



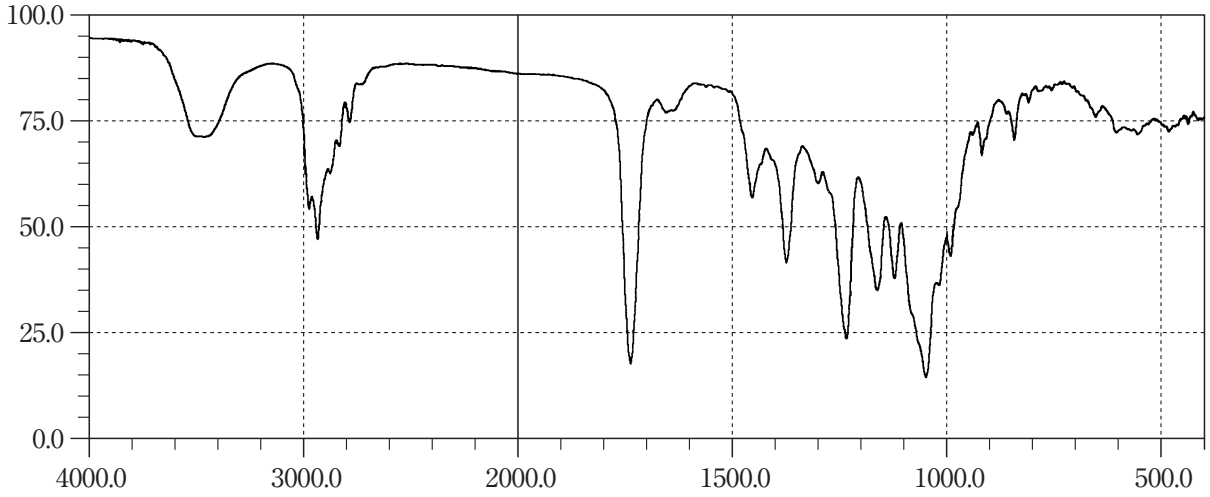
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スキサメトニウム塩化物水和物



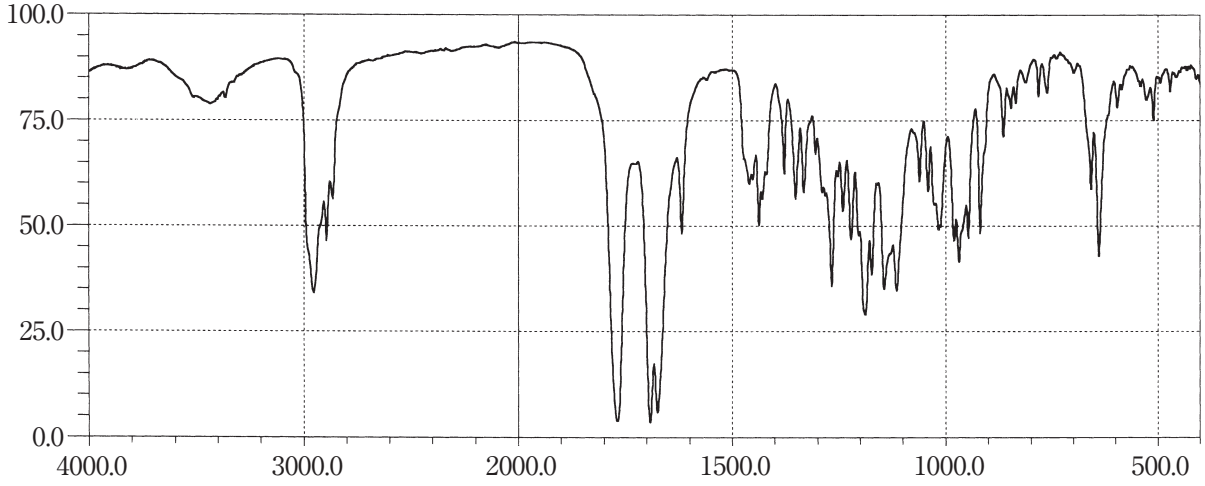
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スピラマイシン酢酸エステル



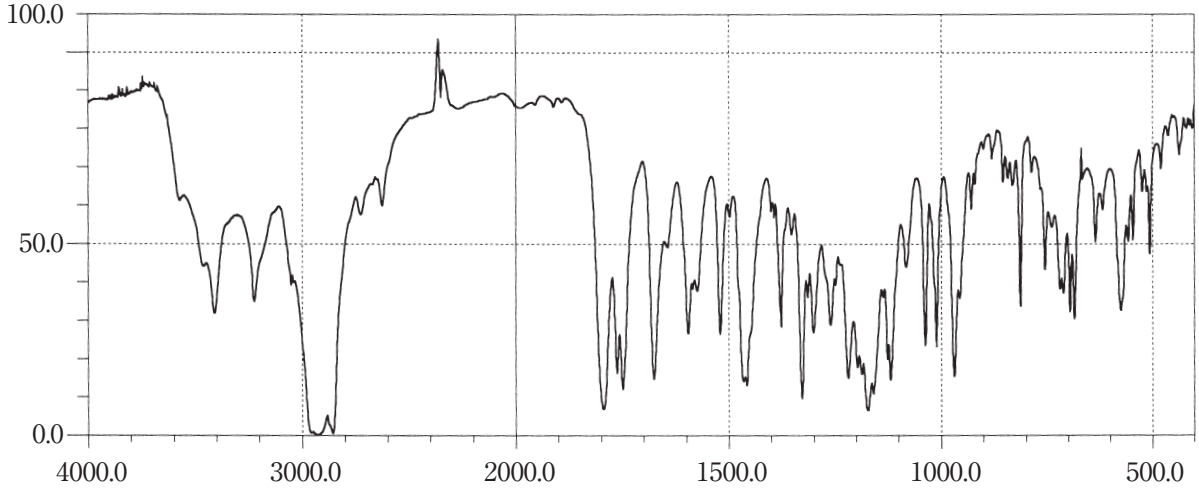
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スピロノラクトン



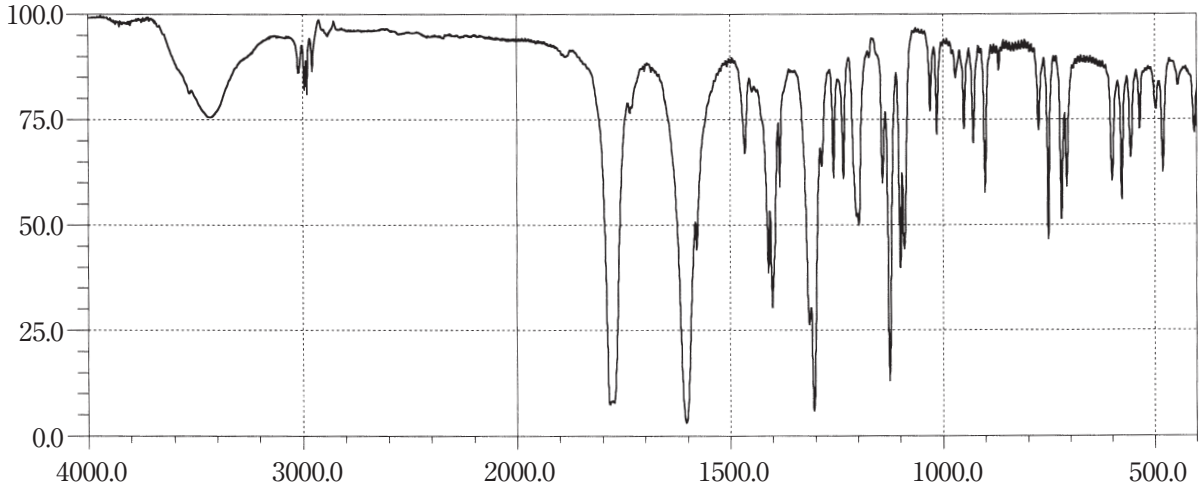
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルタミシリントシル酸塩水和物



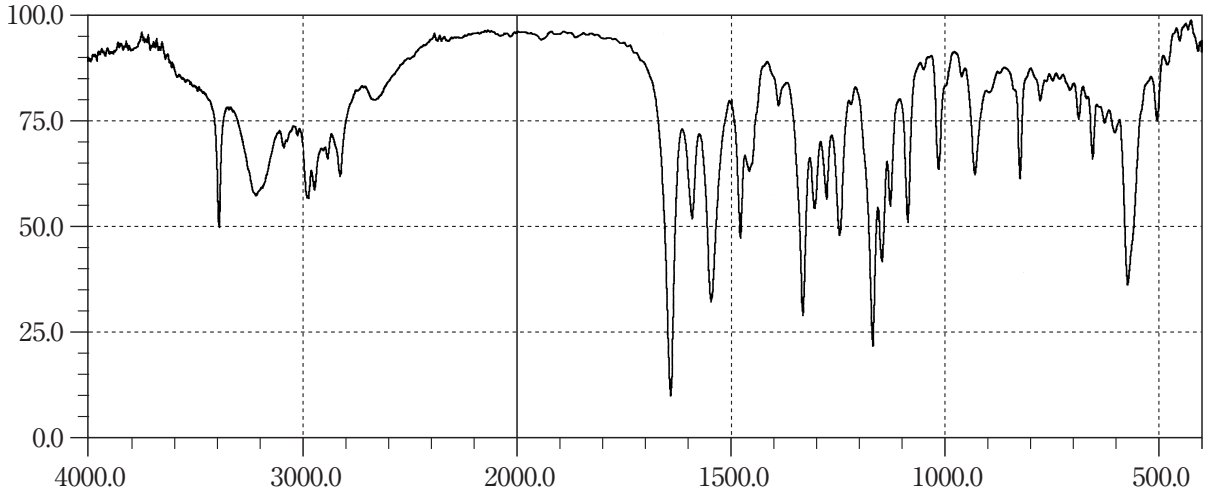
試料調製法：ペースト法

スルバクタムナトリウム



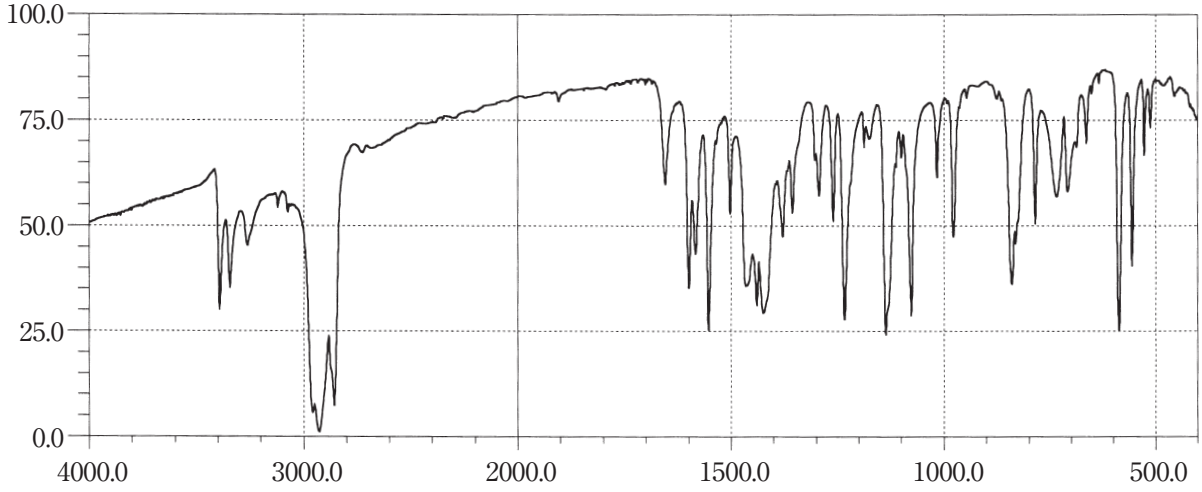
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルピリド



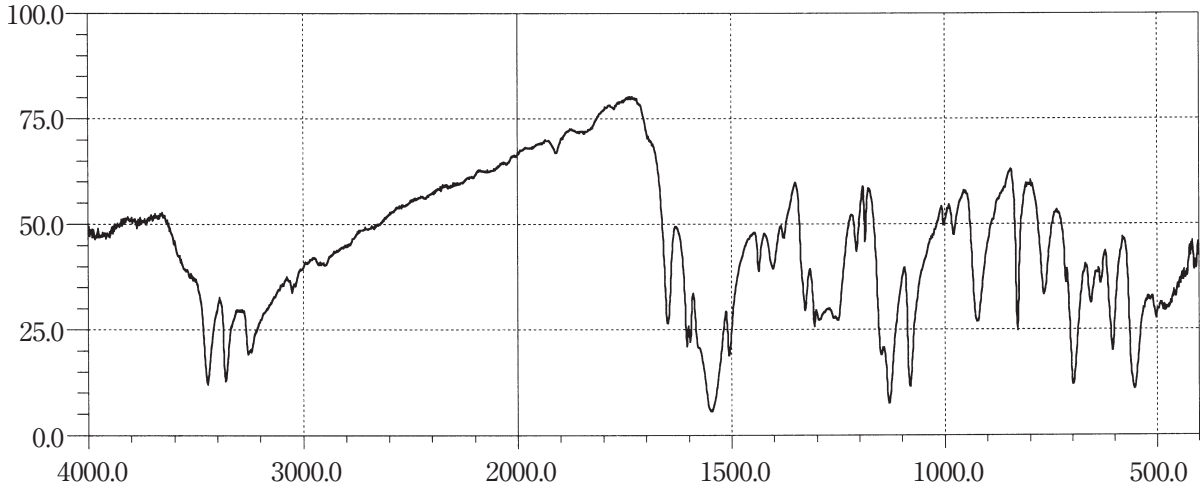
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルファジアジン銀



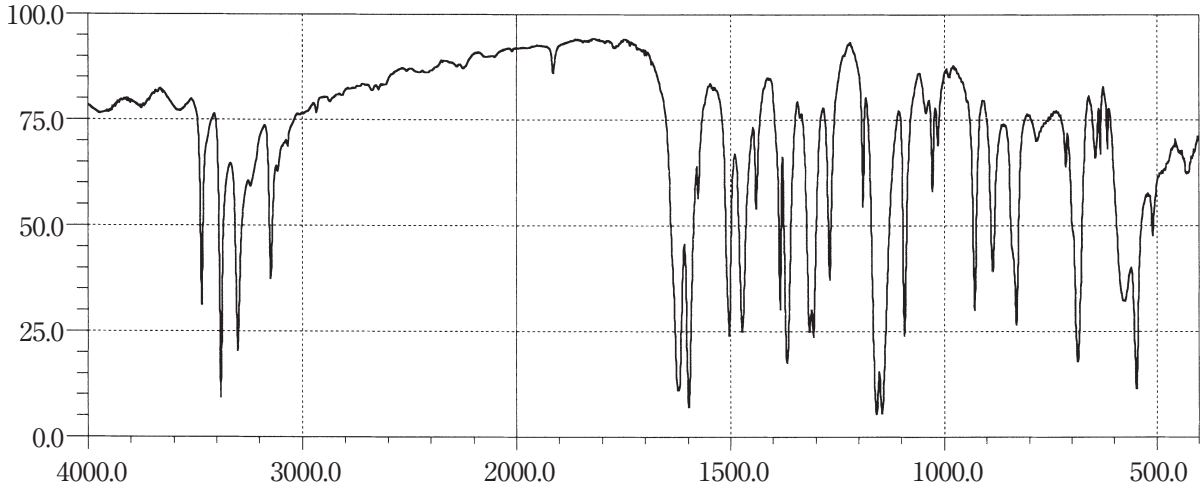
試料調製法：ペースト法

スルファメチゾール



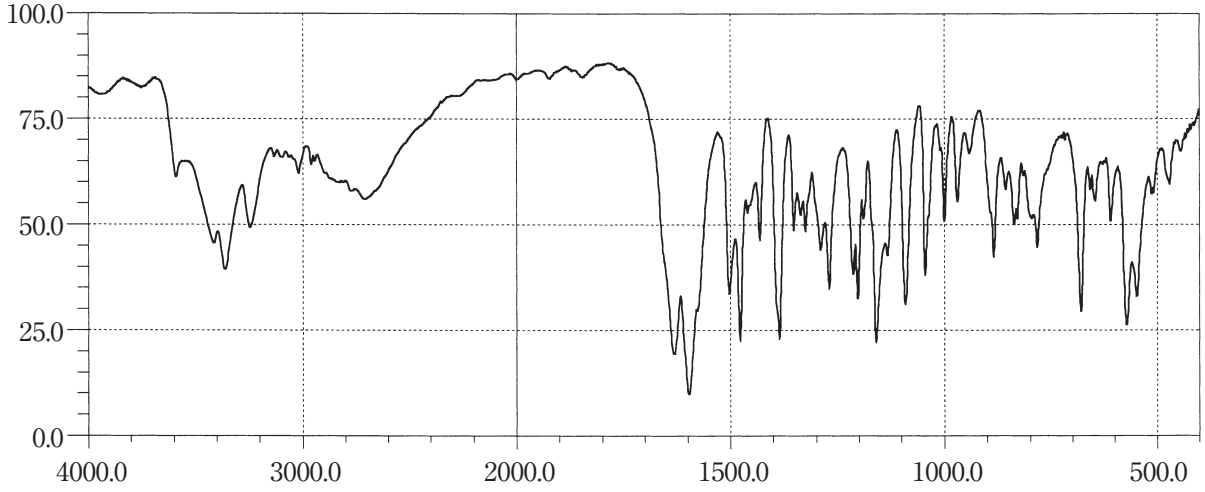
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルファメトキサゾール



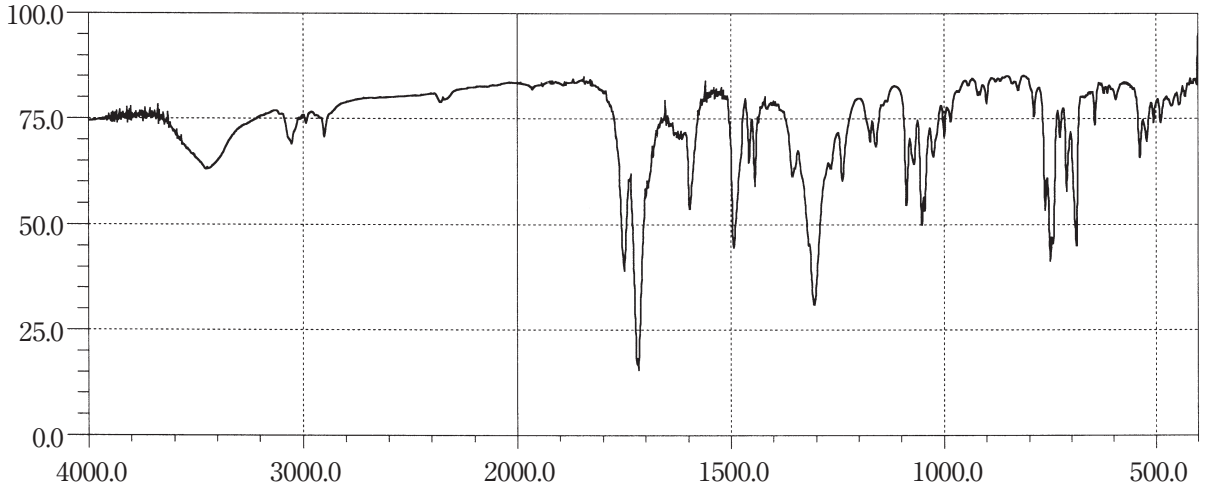
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルファモノメトキシン水和物



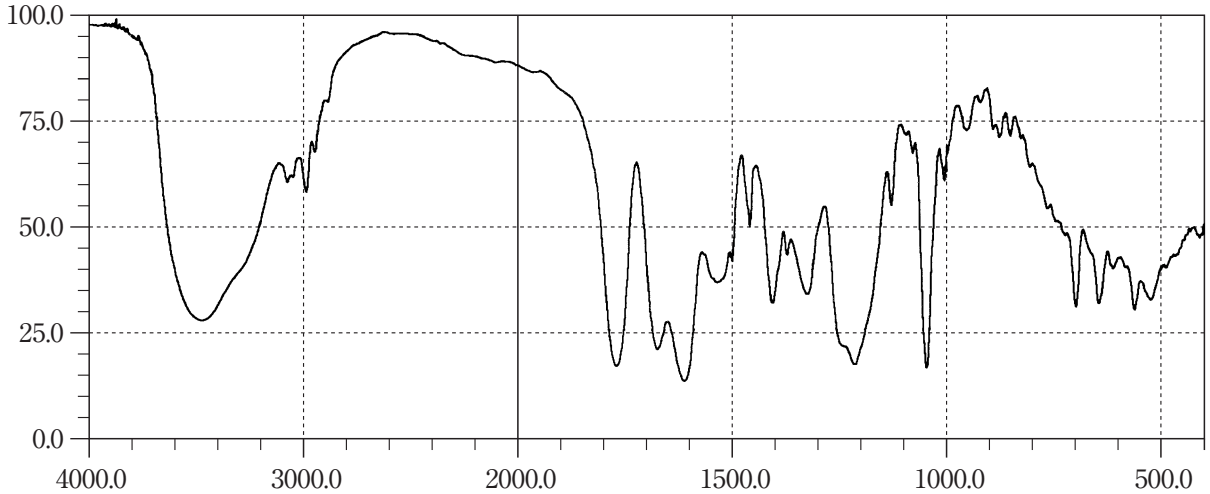
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルフィンピラゾン



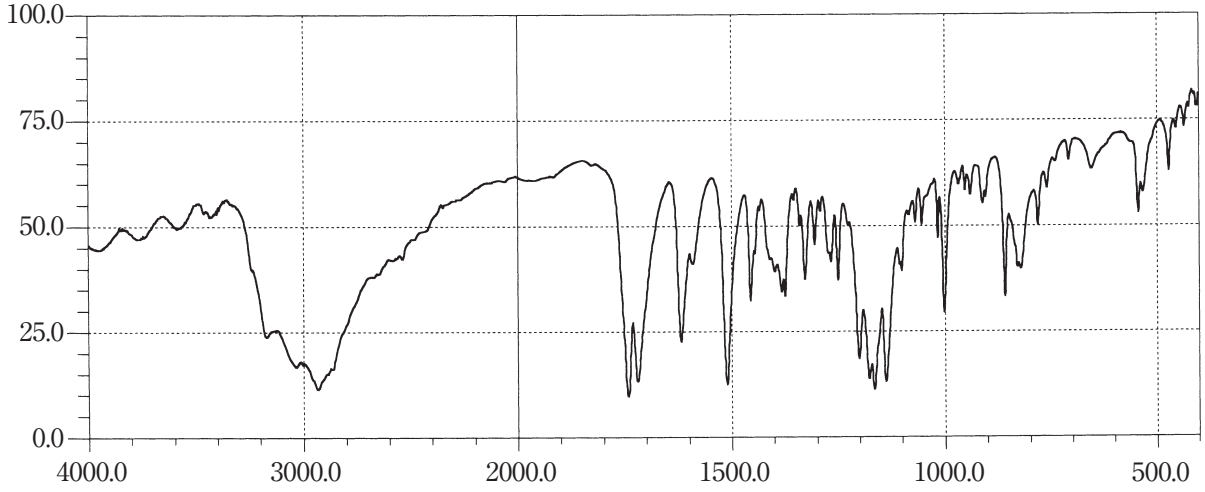
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

スルベニシリンナトリウム



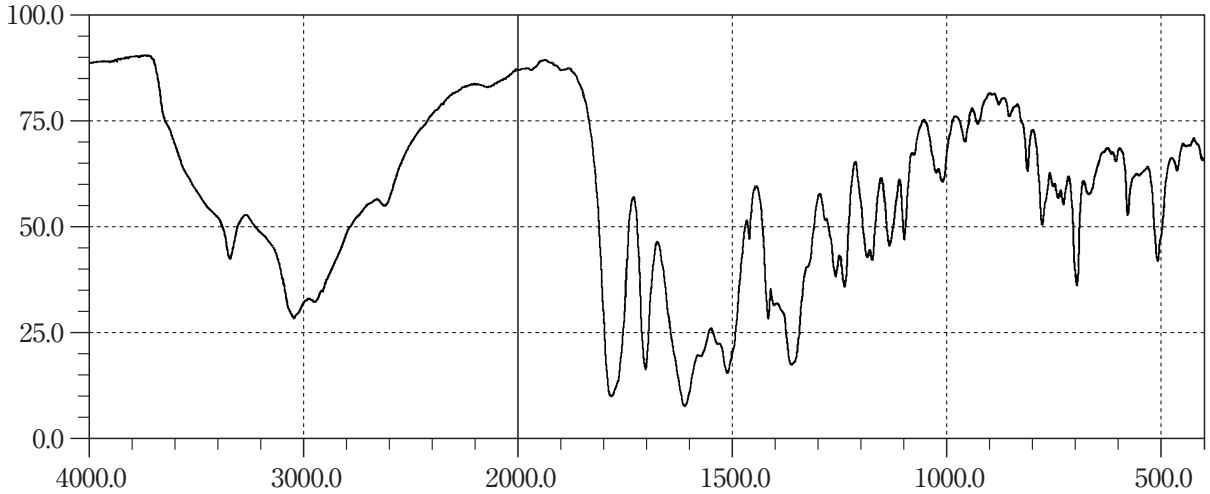
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セトラキサート塩酸塩



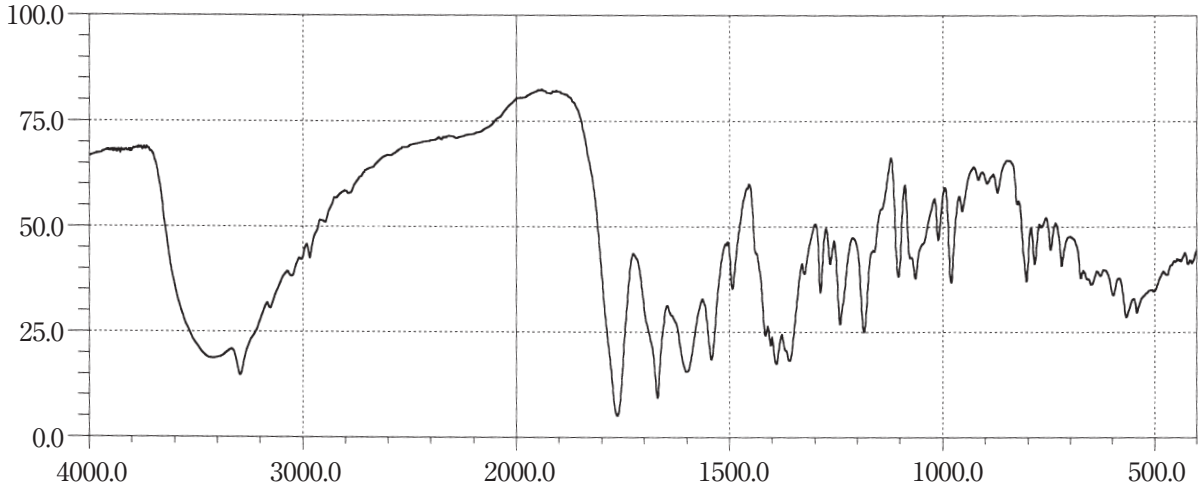
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

セファクロル



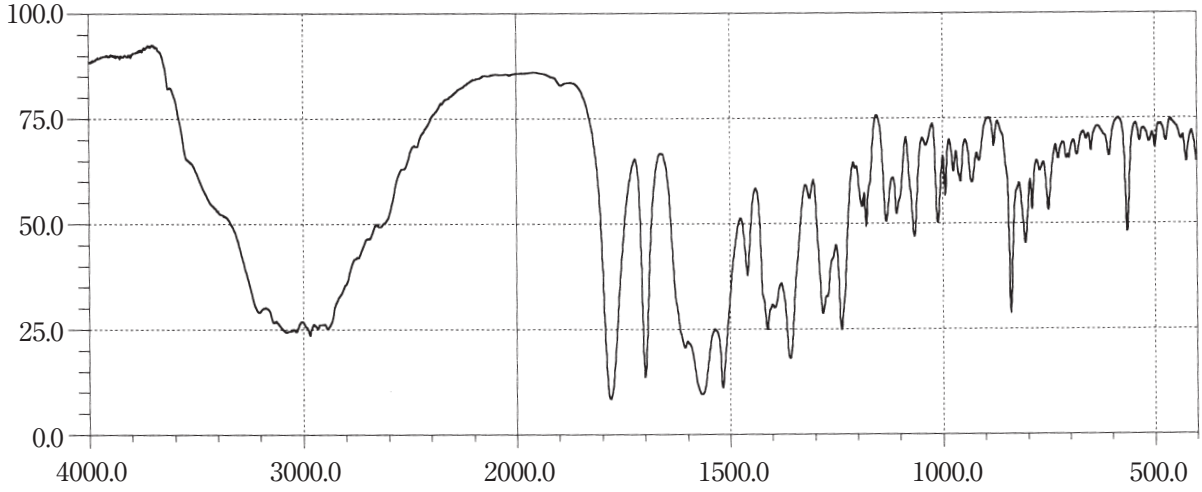
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セファゾリンナトリウム



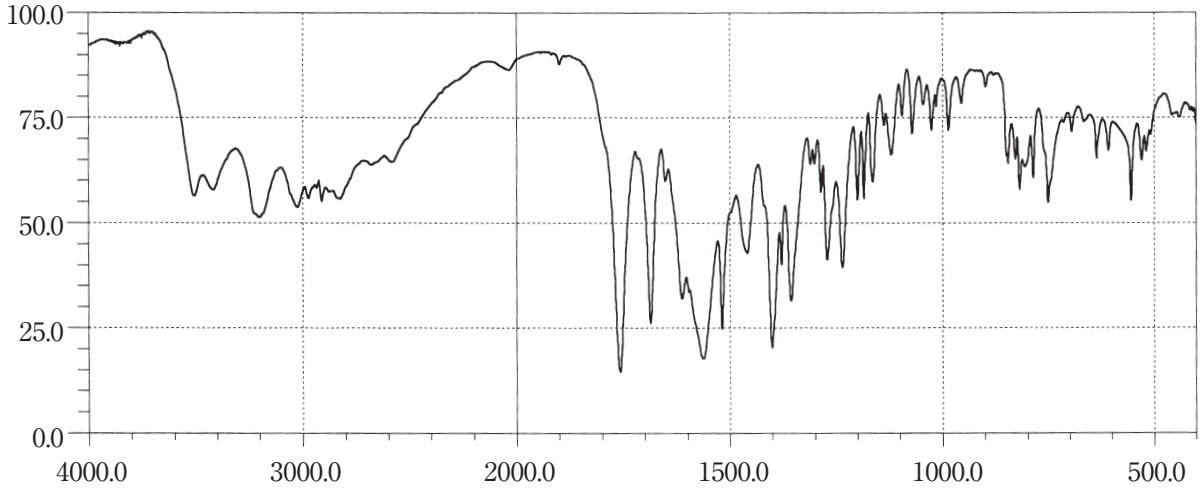
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セファトリジンプロピレングリコール



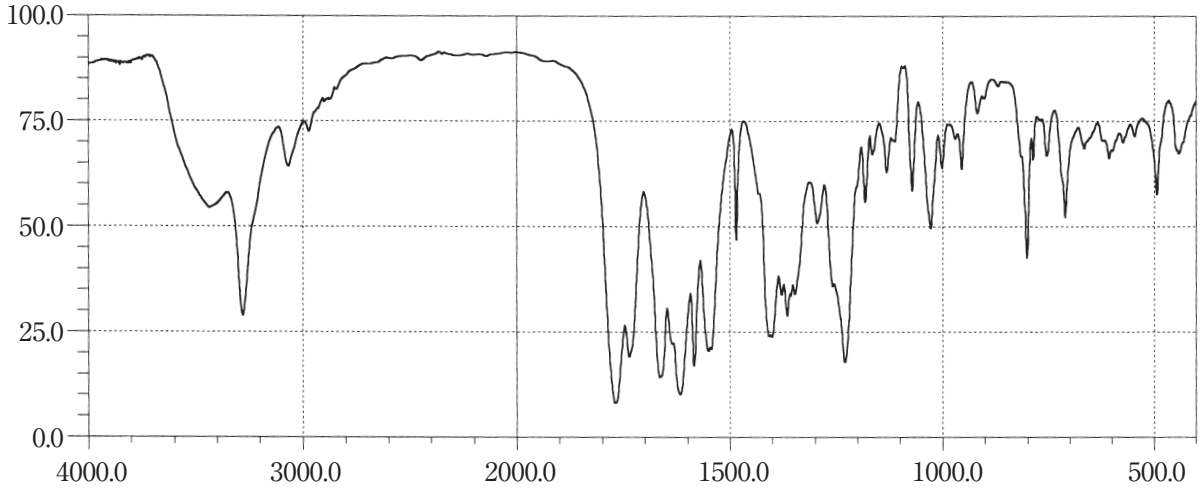
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セファドロキシル



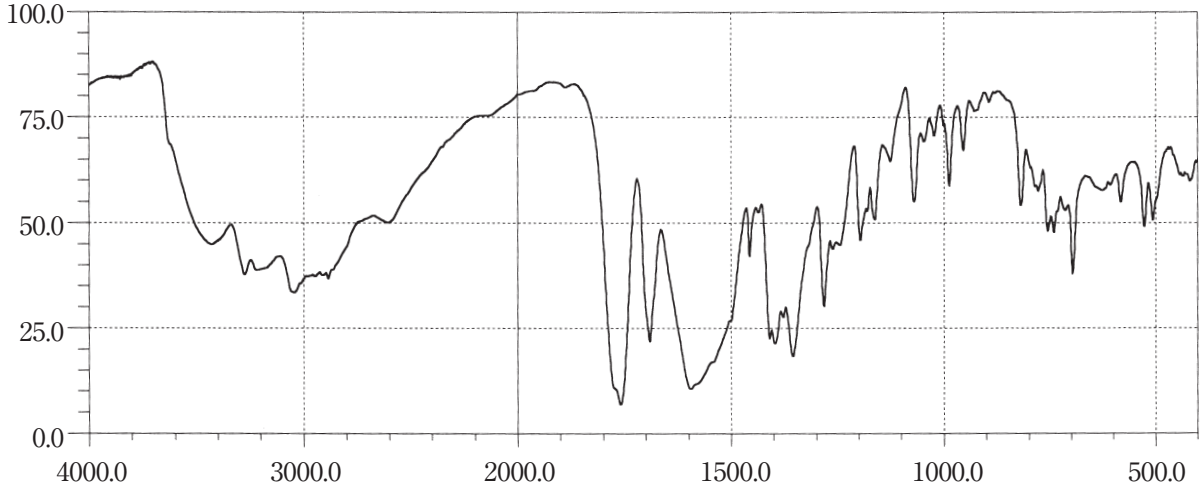
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セファピリンナトリウム



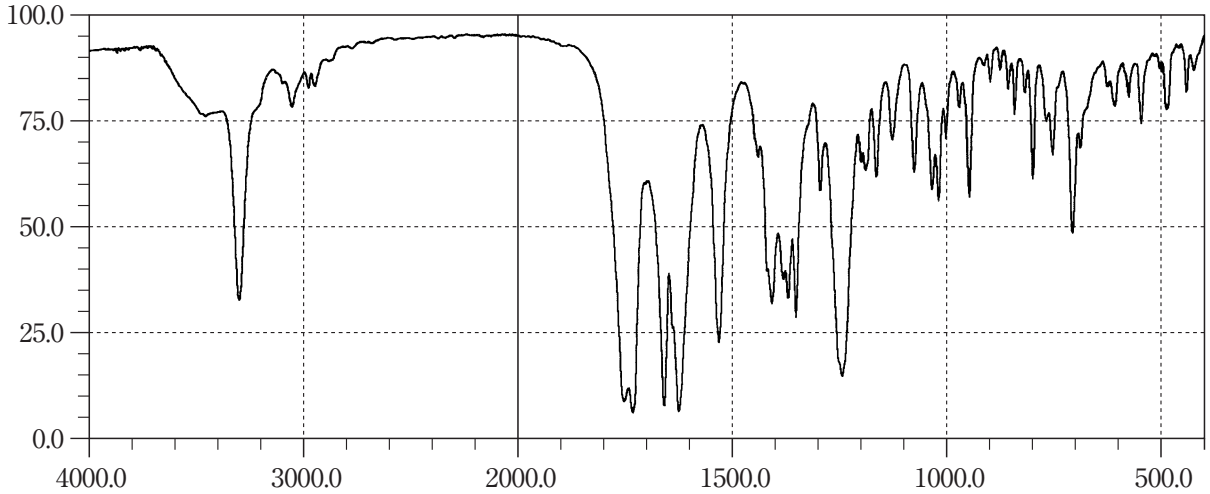
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セファレキシン



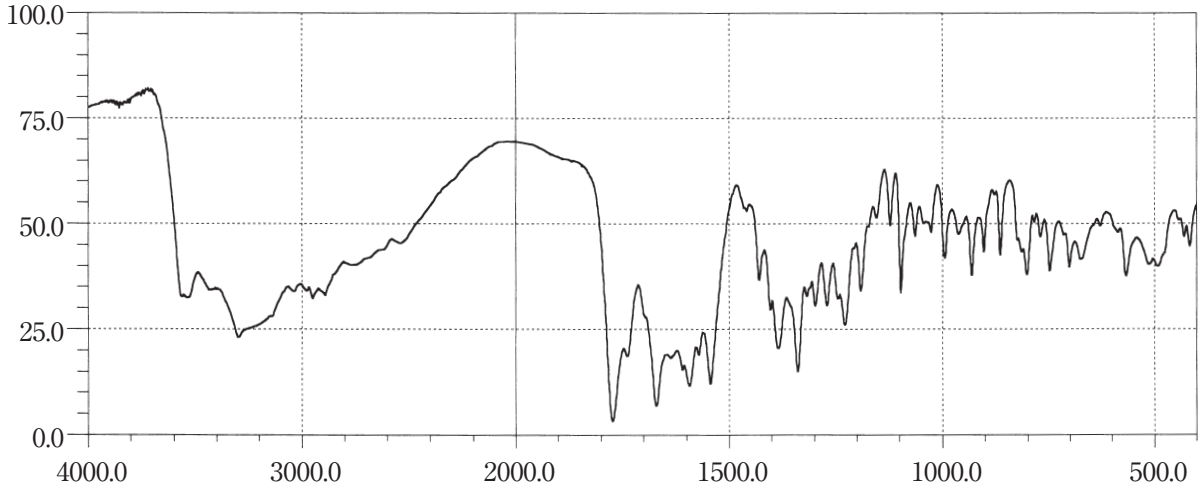
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セファロチンナトリウム



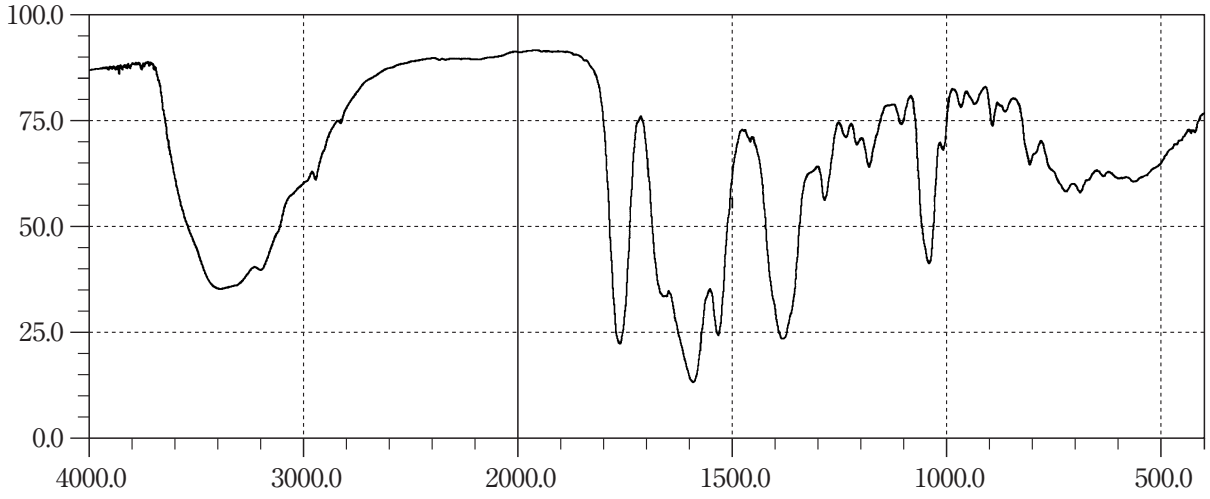
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフィキシム



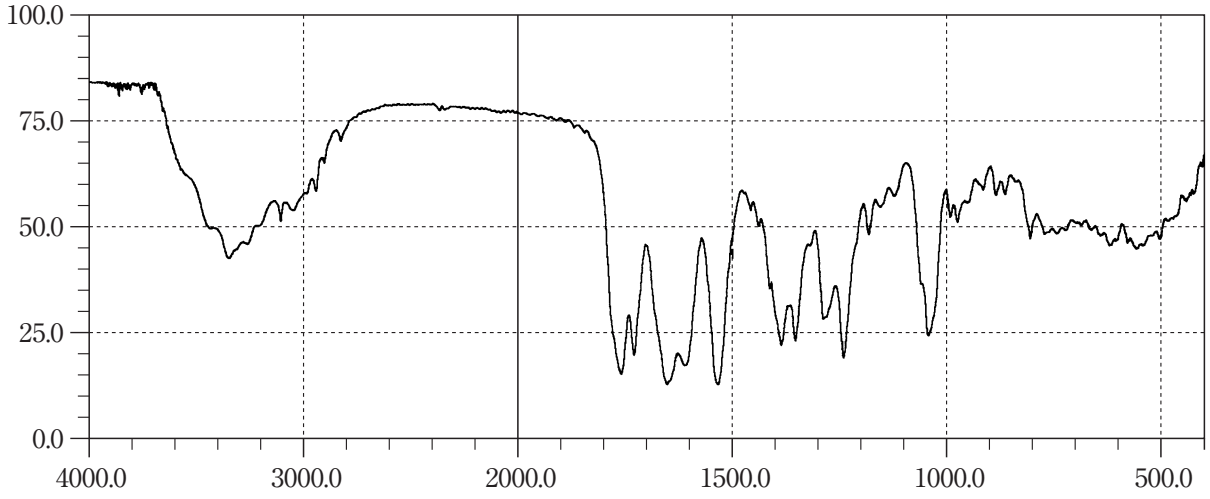
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフォジジムナトリウム



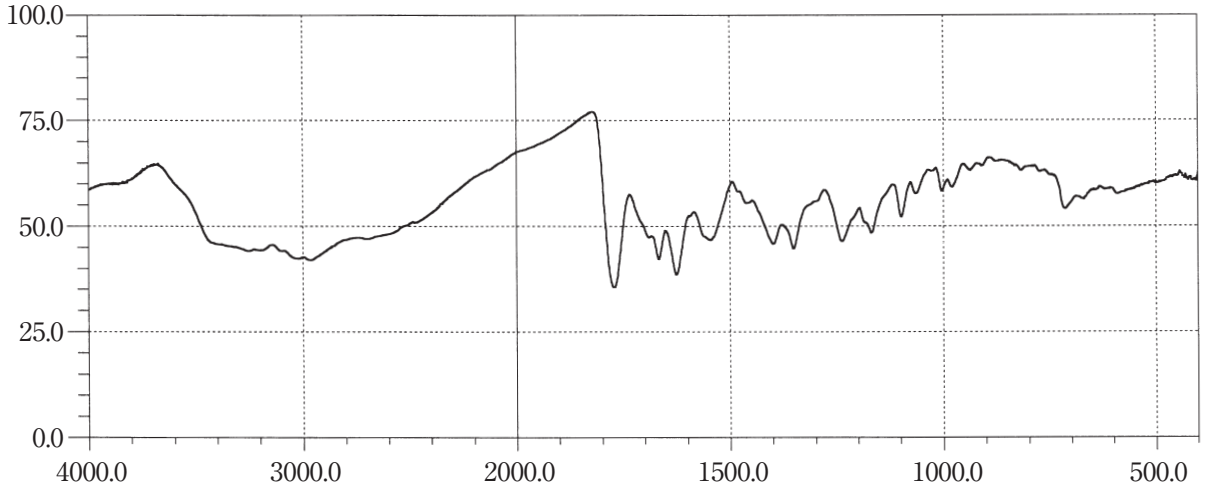
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフォタキシムナトリウム



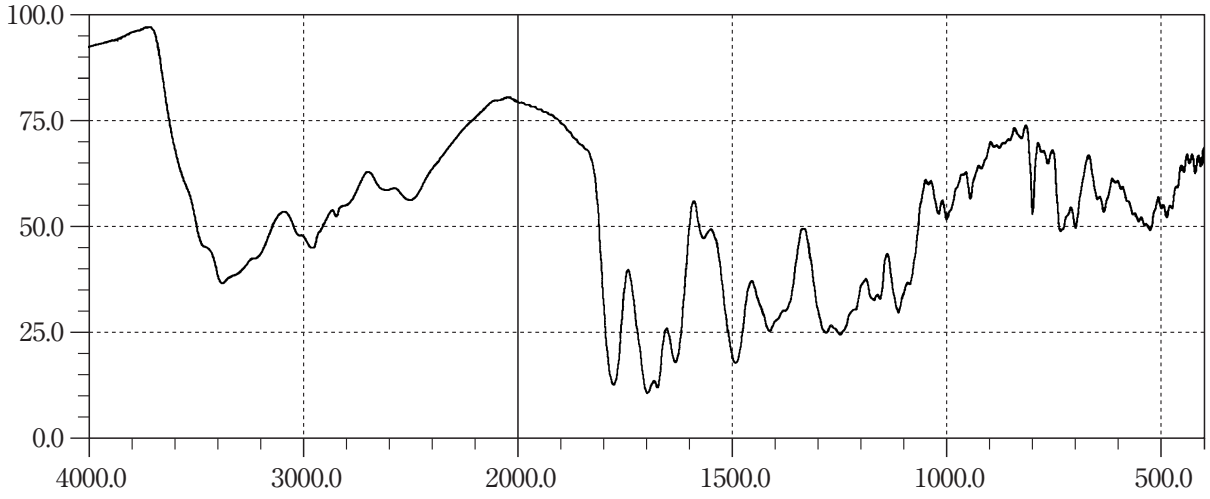
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフォチアム塩酸塩



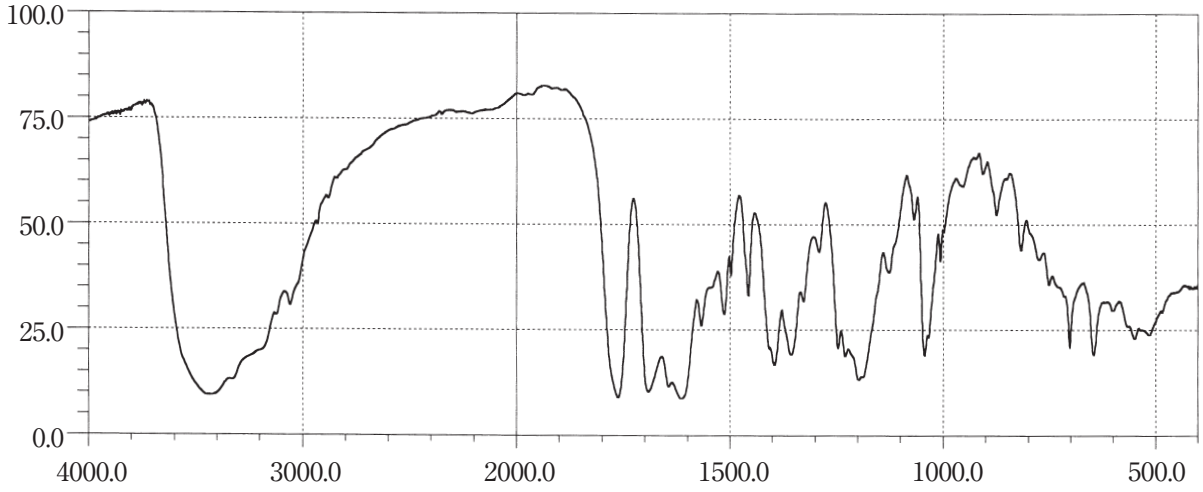
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

セフォテタン



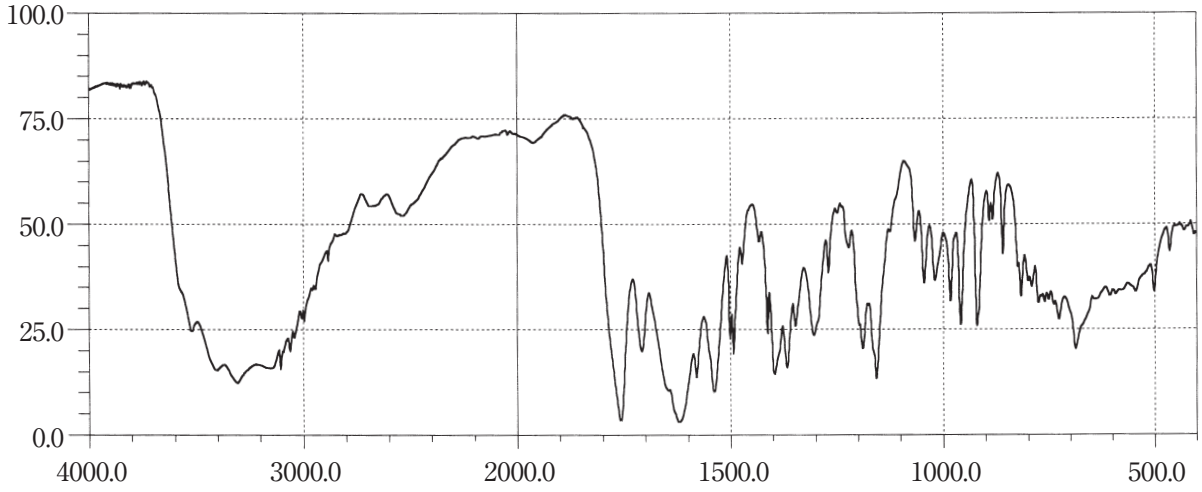
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフスロジンナトリウム



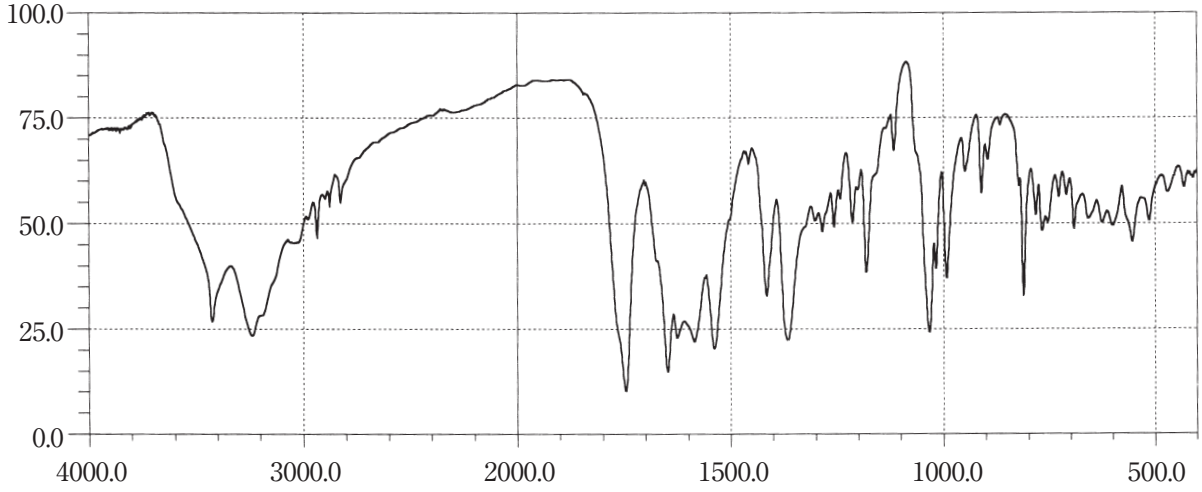
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフタジジム水和物



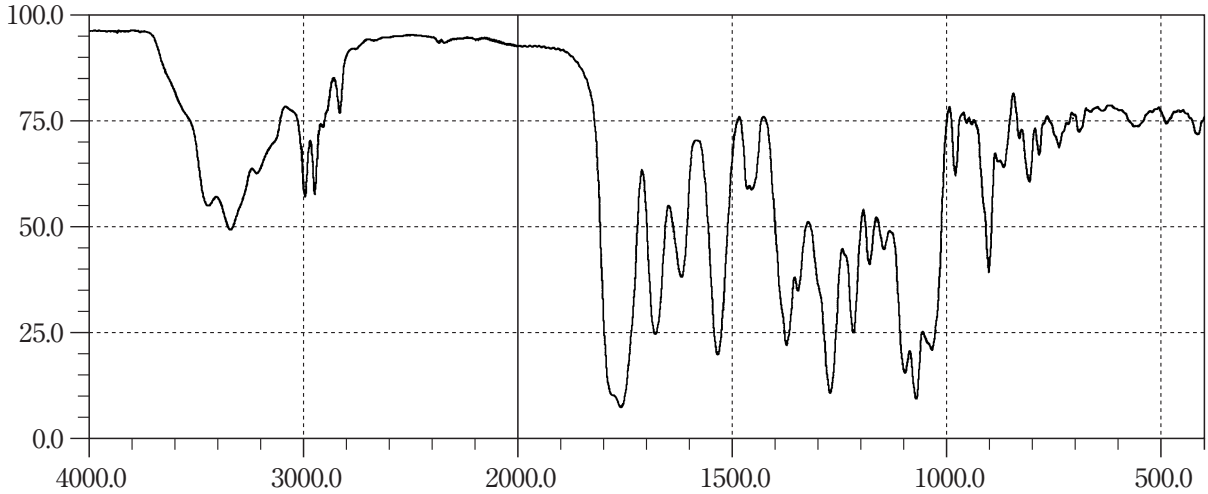
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフチゾキシムナトリウム



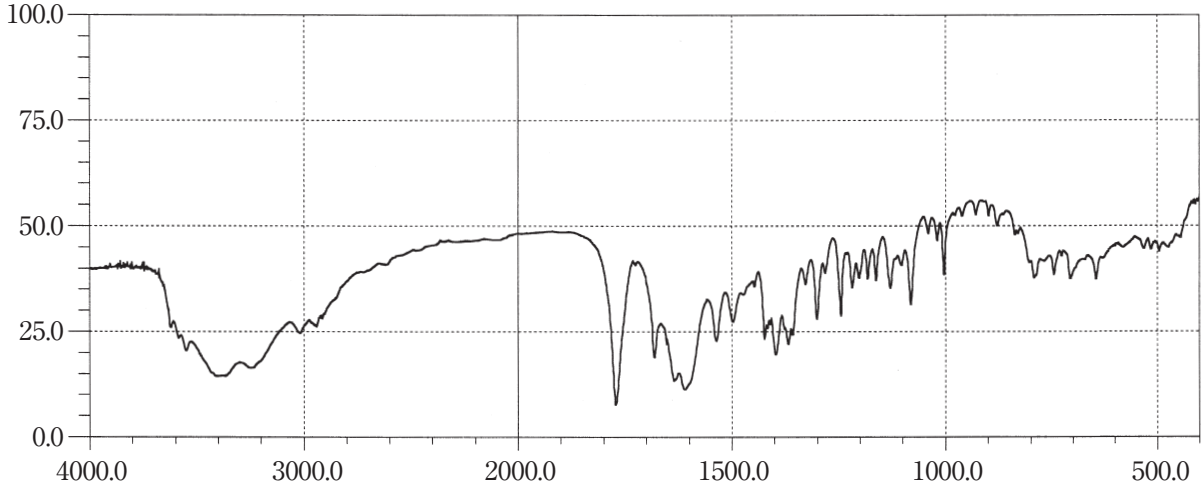
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフポドキシム　プロキセチル



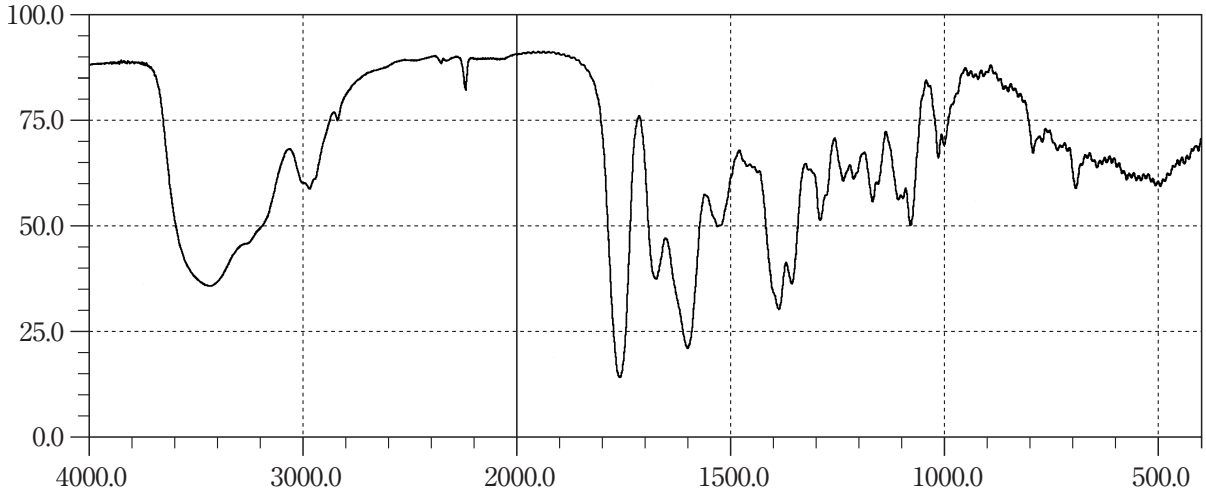
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフミノクスナトリウム水和物



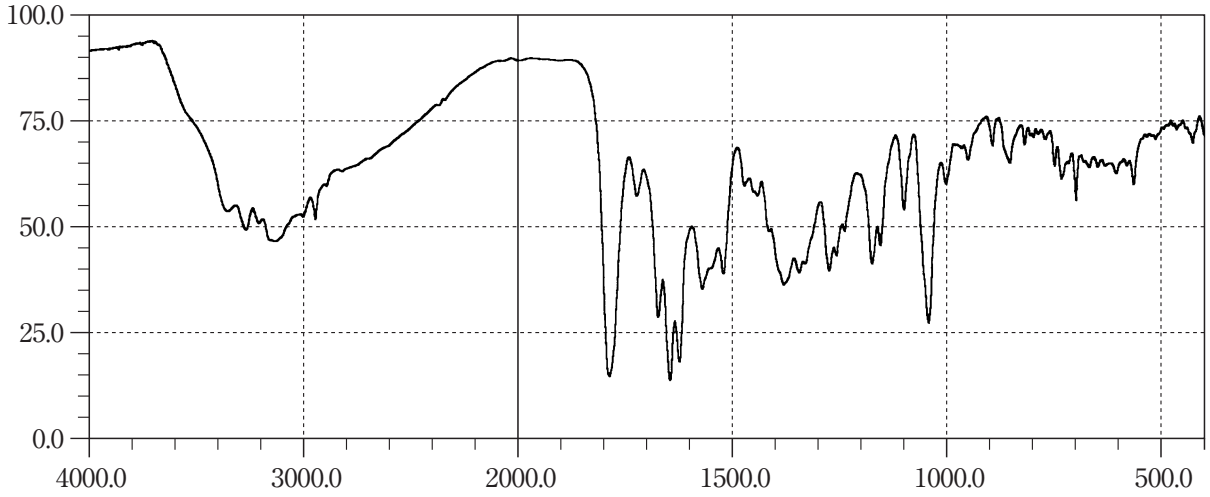
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフメタゾールナトリウム



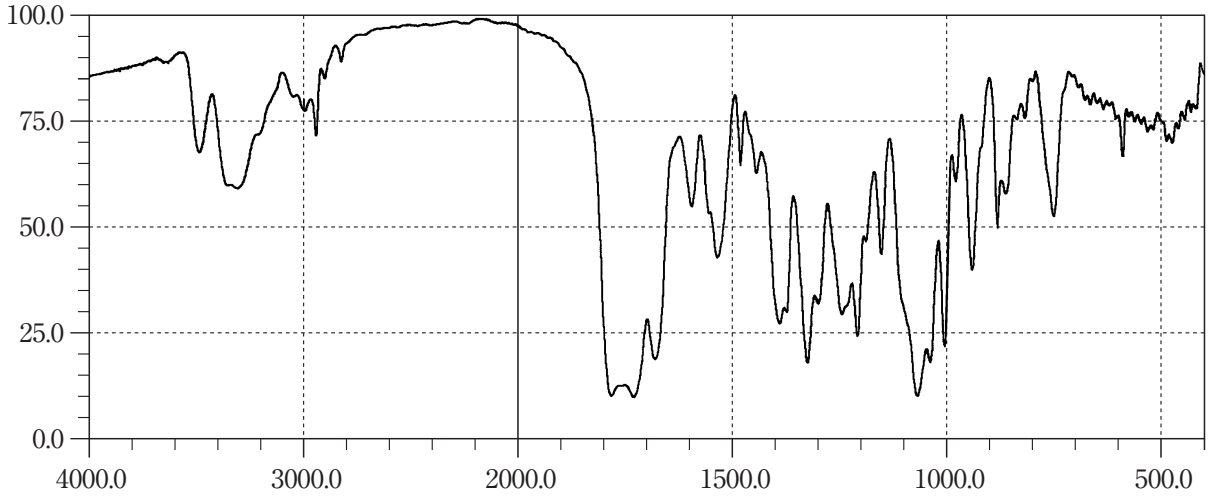
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフメノキシム塩酸塩



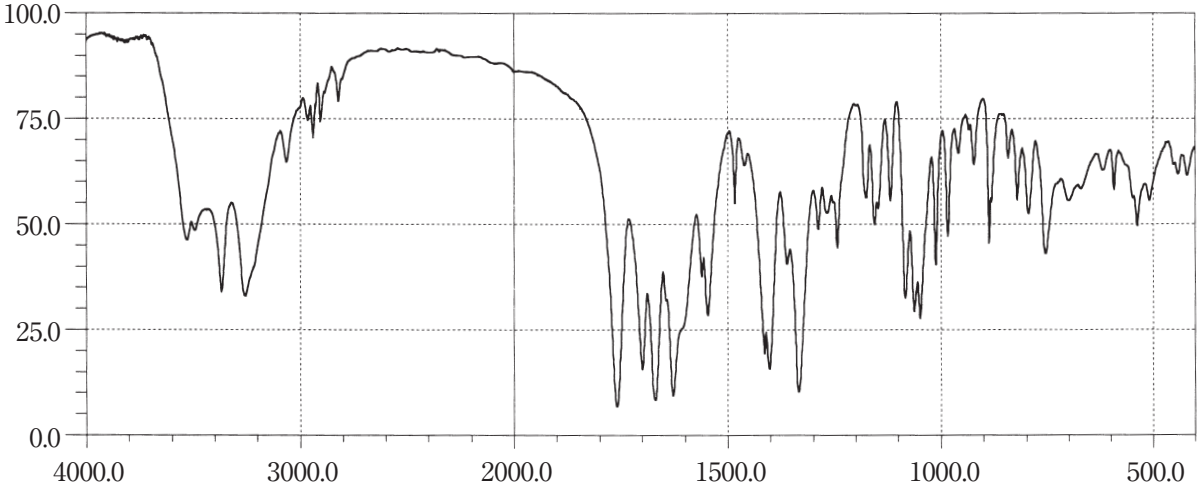
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフロキシム　アキセチル



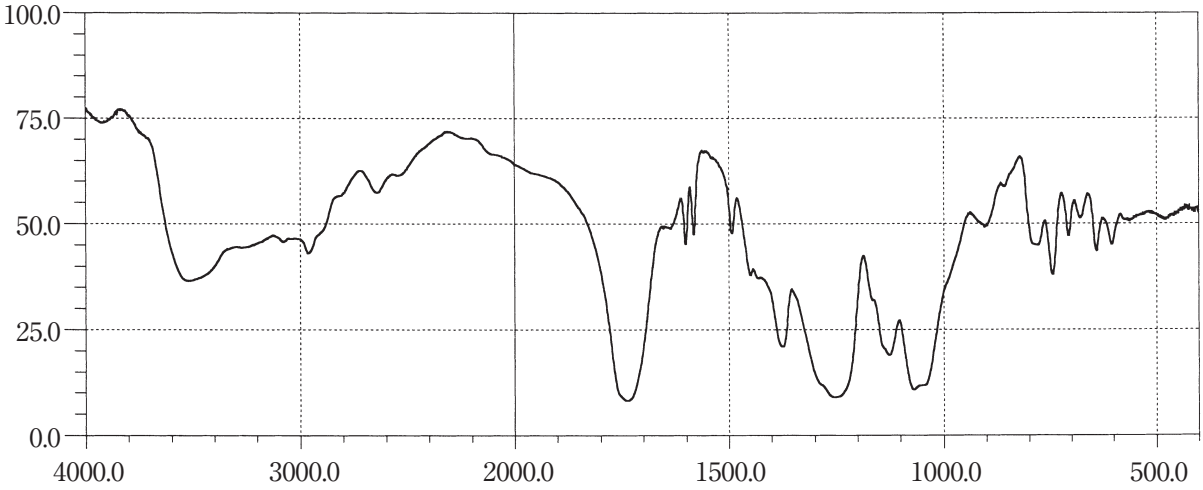
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セフロキシムナトリウム



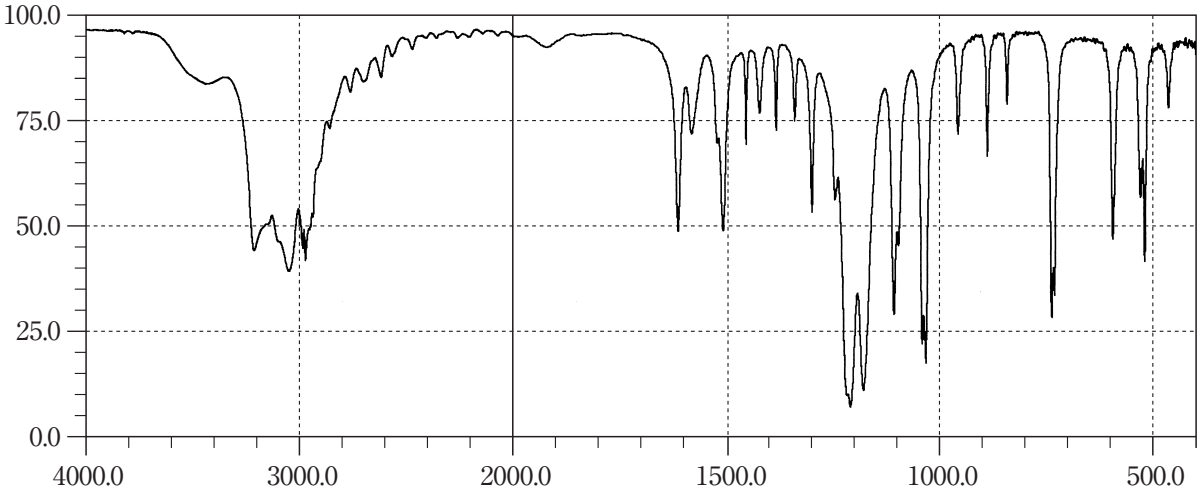
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

セラセフェート



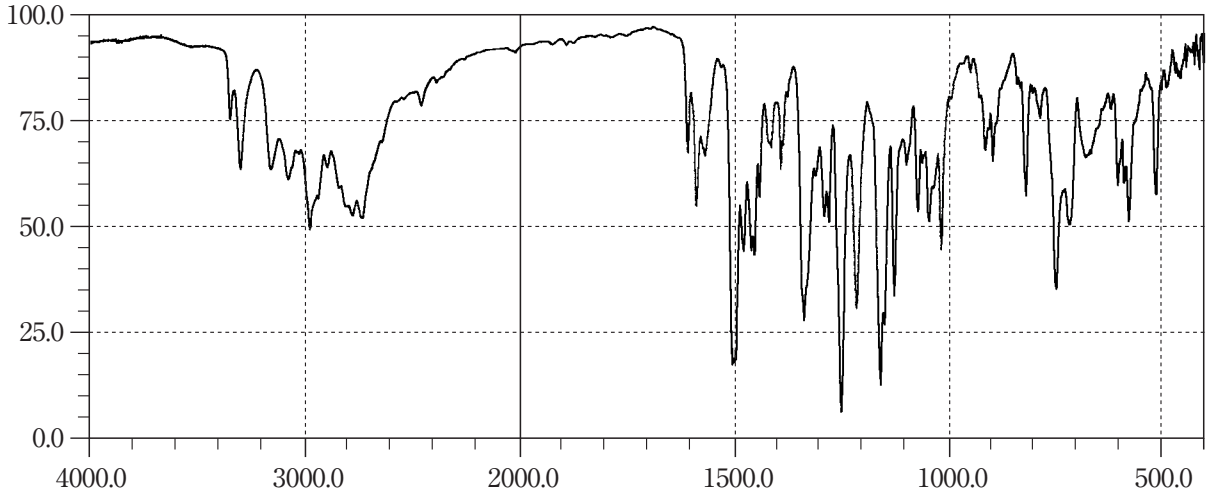
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

タウリン



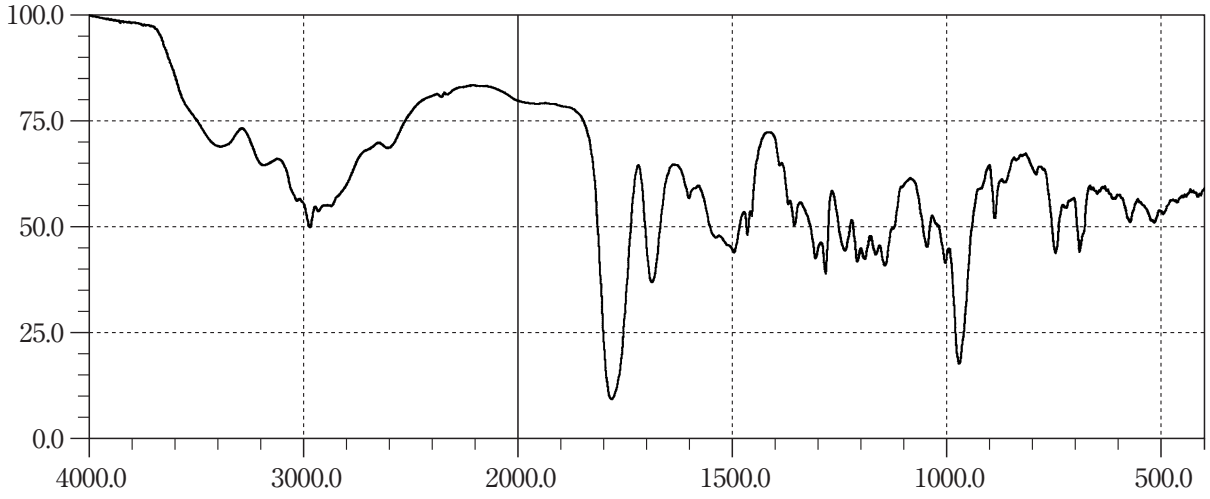
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

タムスロシン塩酸塩



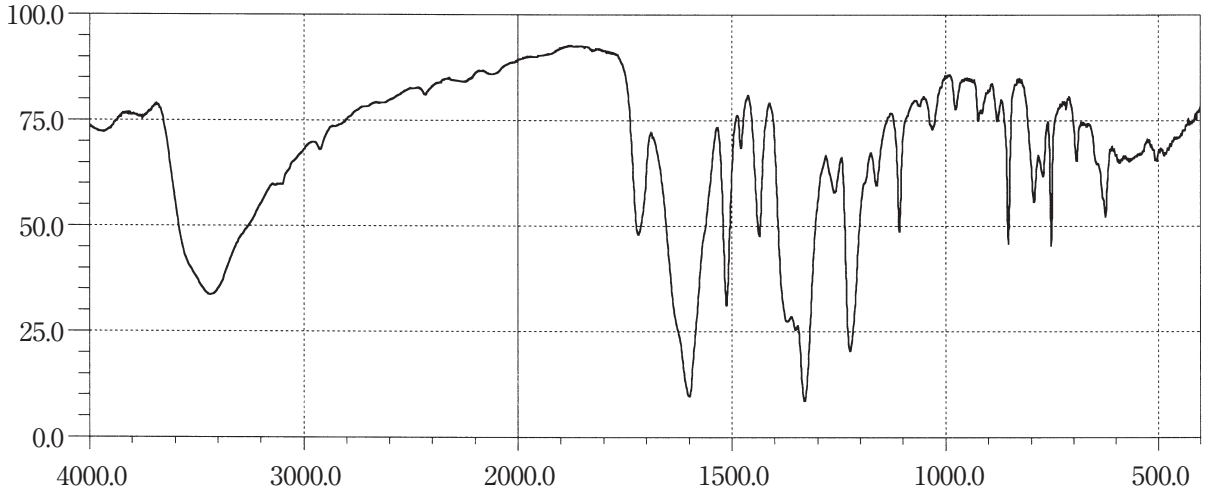
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

タランピシリン塩酸塩



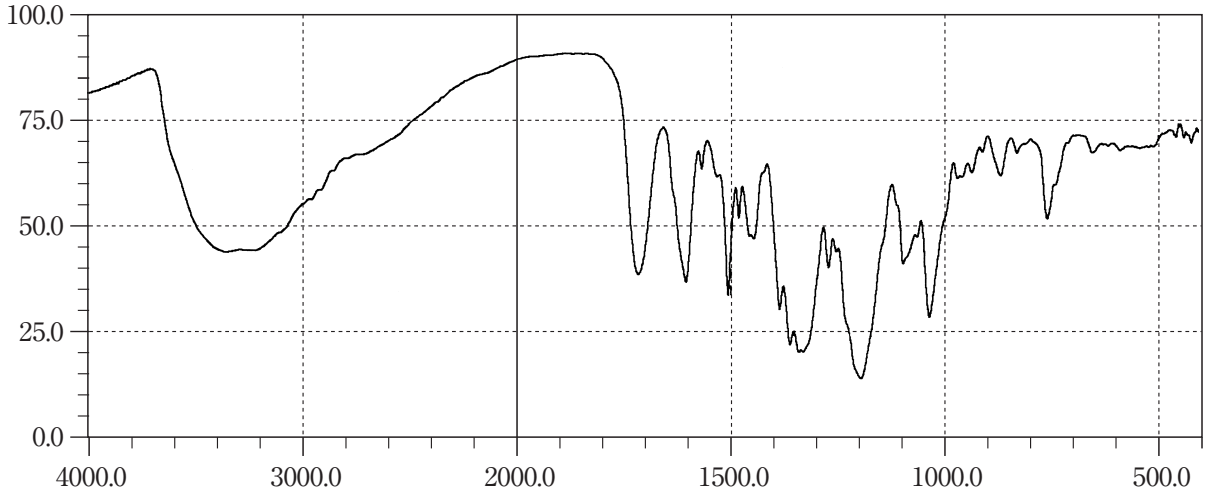
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ダントロレンナトリウム水和物



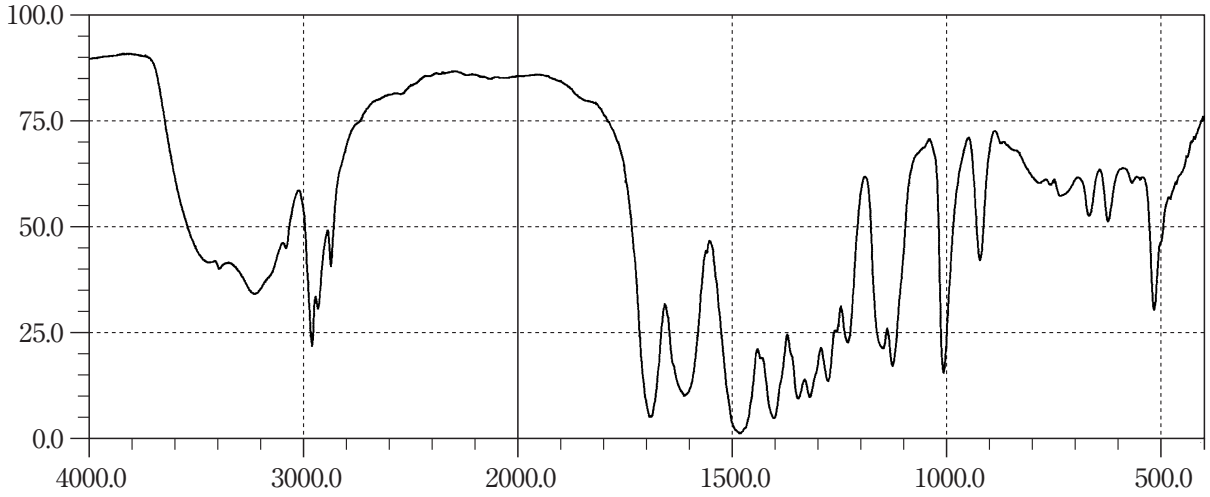
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

タンニン酸ベルベリン



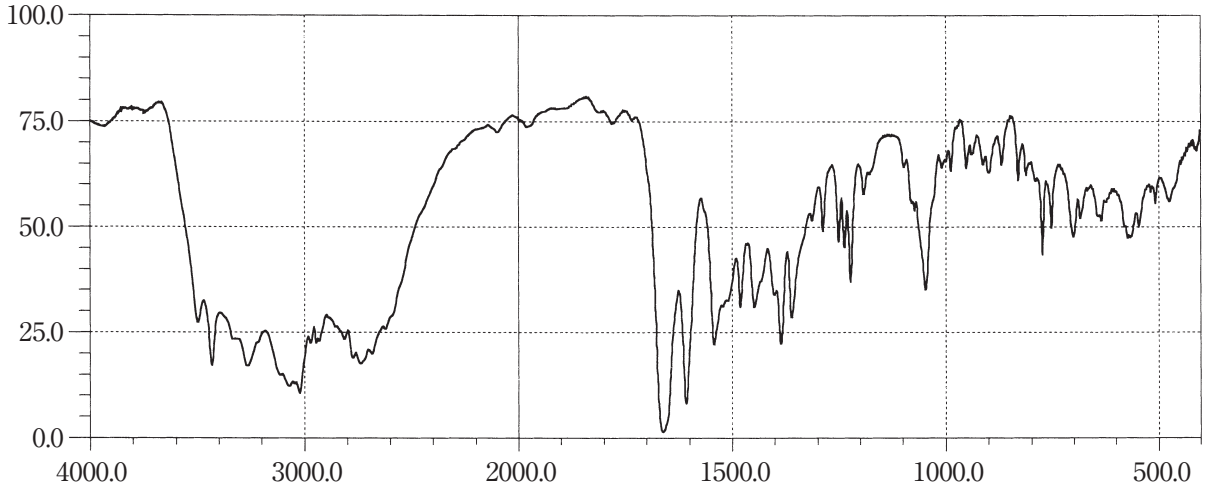
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チアミラールナトリウム



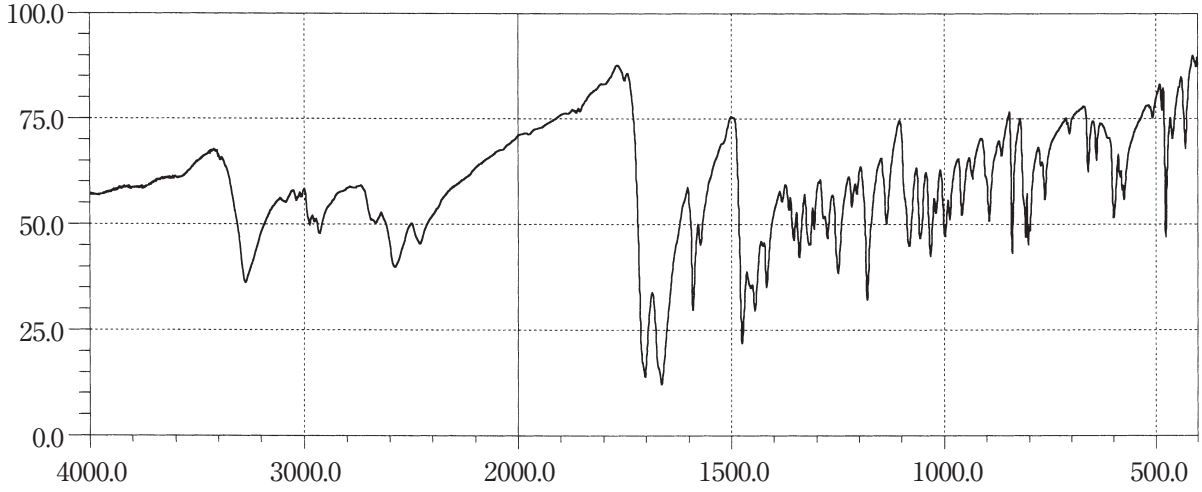
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チアミン塩化物塩酸塩



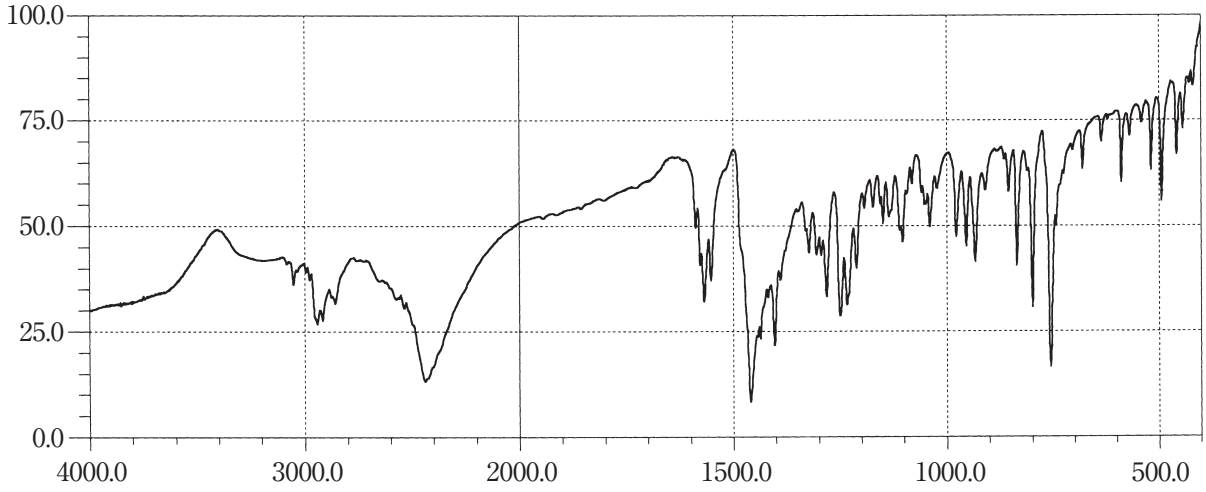
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チアラミド塩酸塩



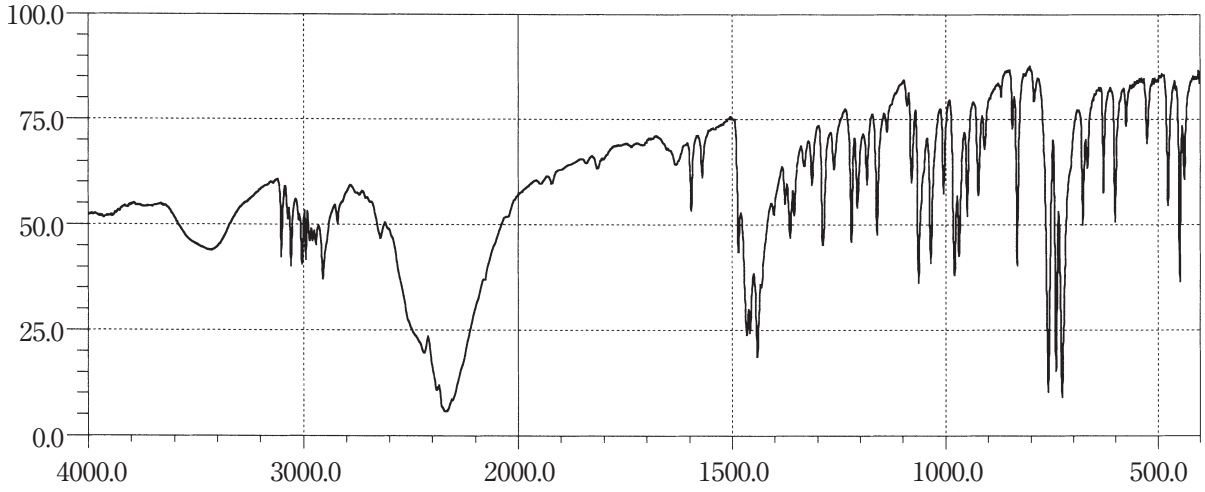
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

チオリダジン塩酸塩



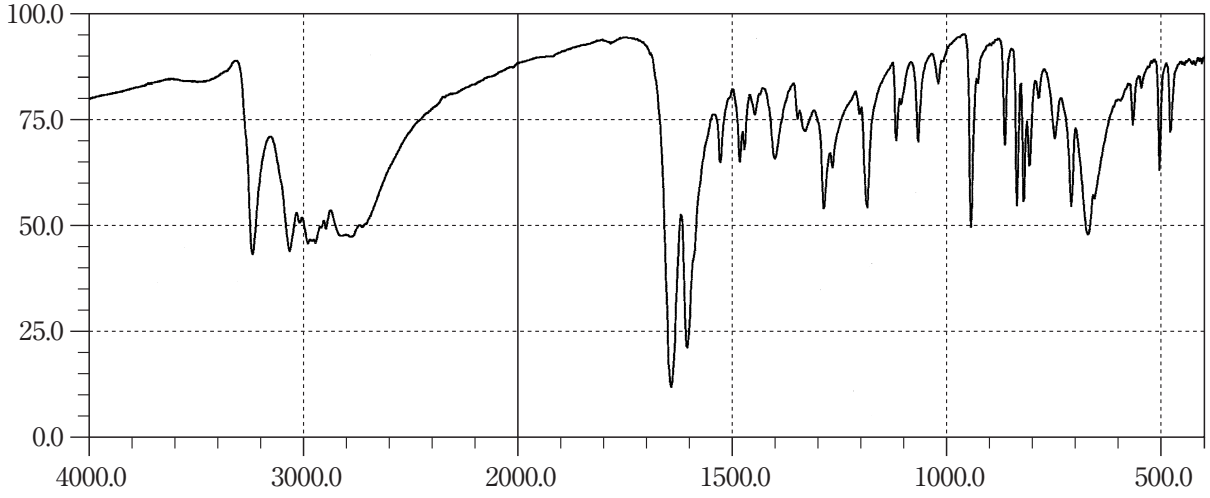
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

チクロピジン塩酸塩



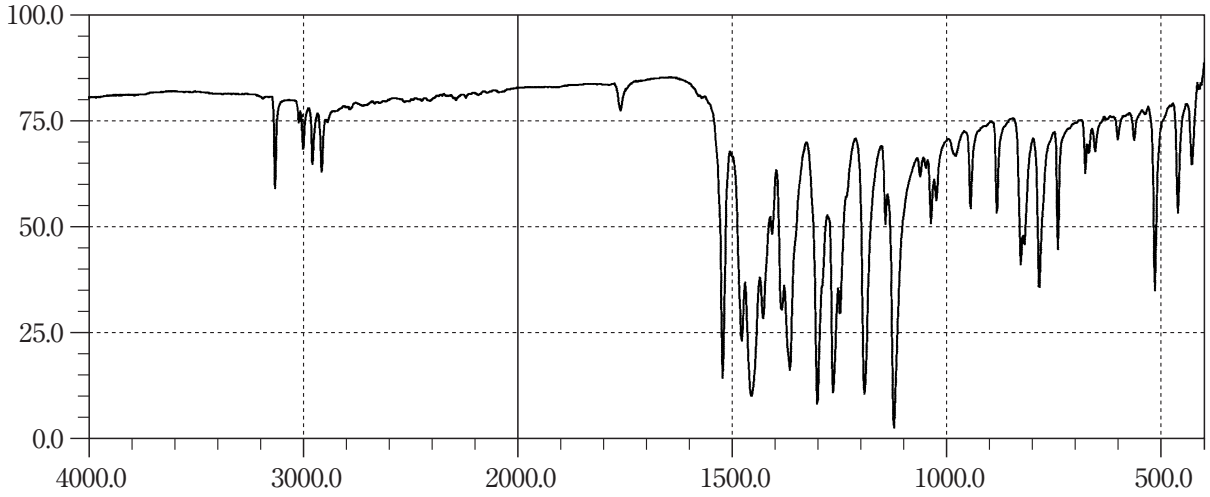
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チザニジン塩酸塩



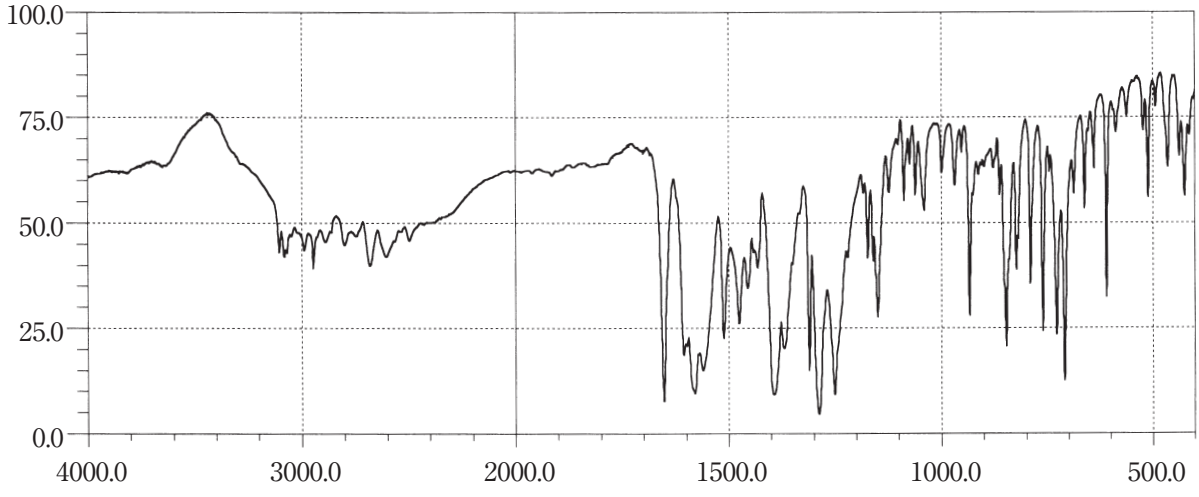
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

チニダゾール



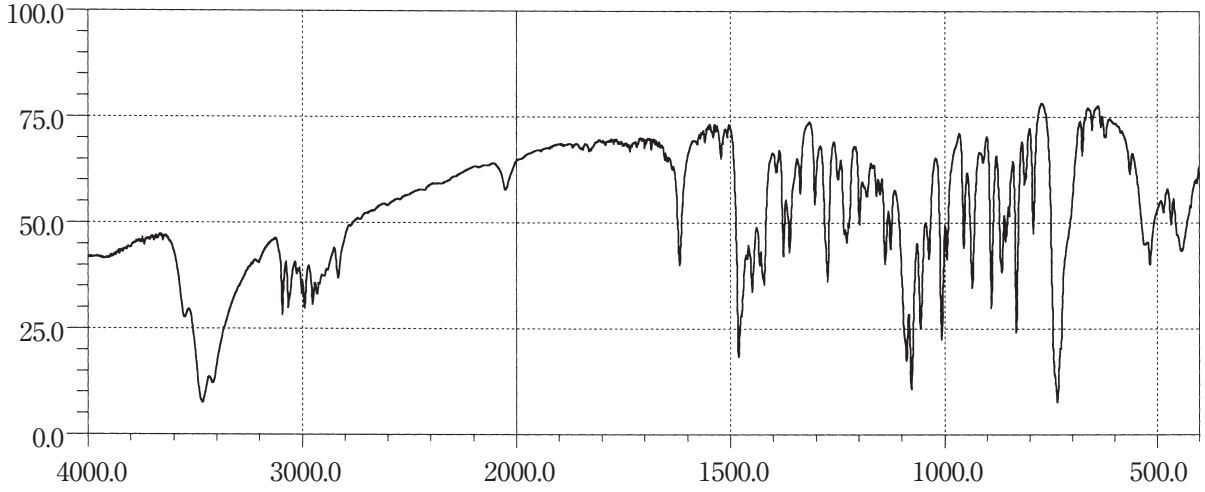
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チペピジンヒベンズ酸塩



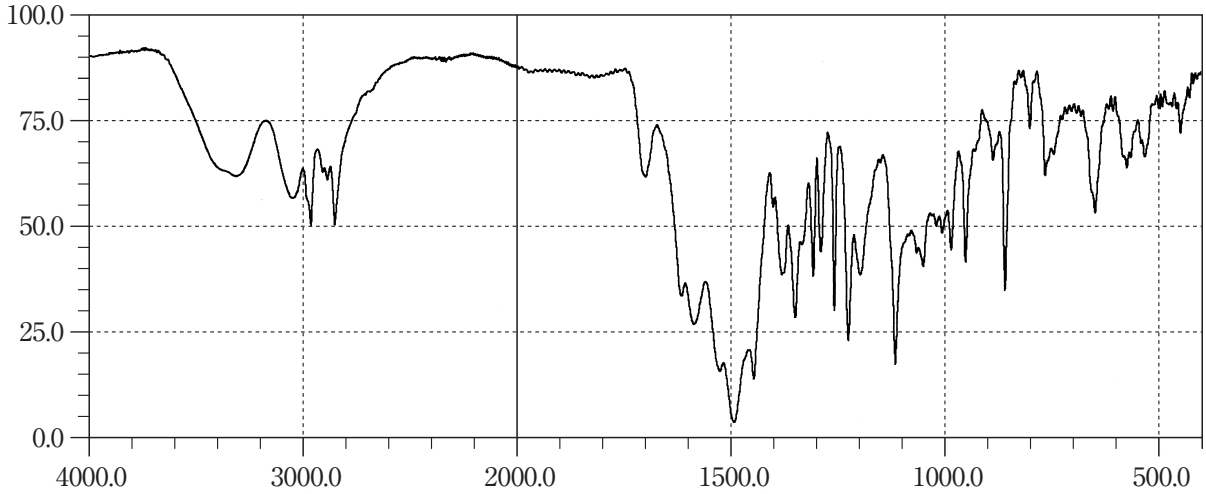
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チメピジウム臭化物水和物



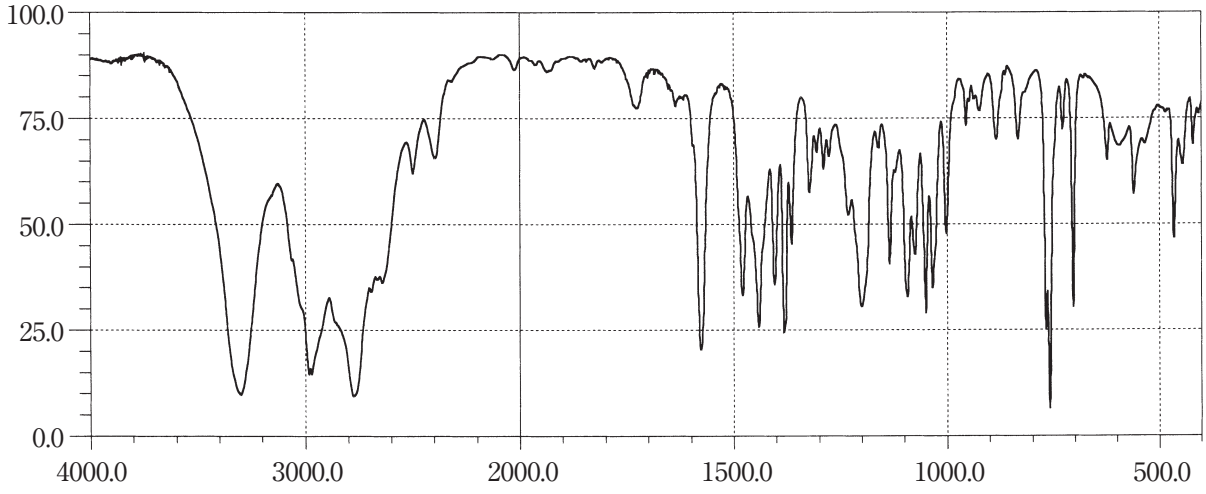
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

チモロールマレイン酸塩



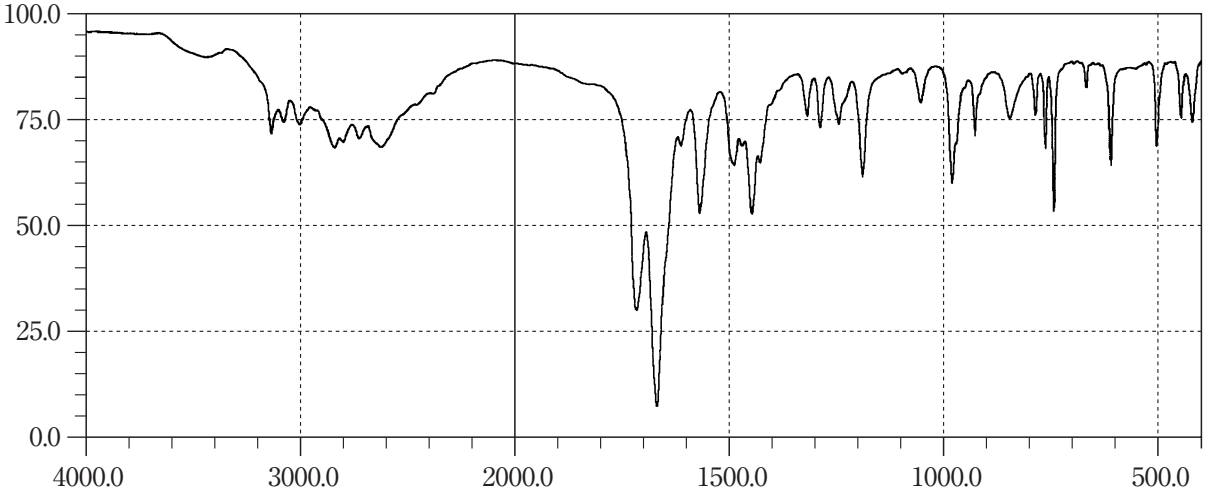
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ツロブテロール塩酸塩



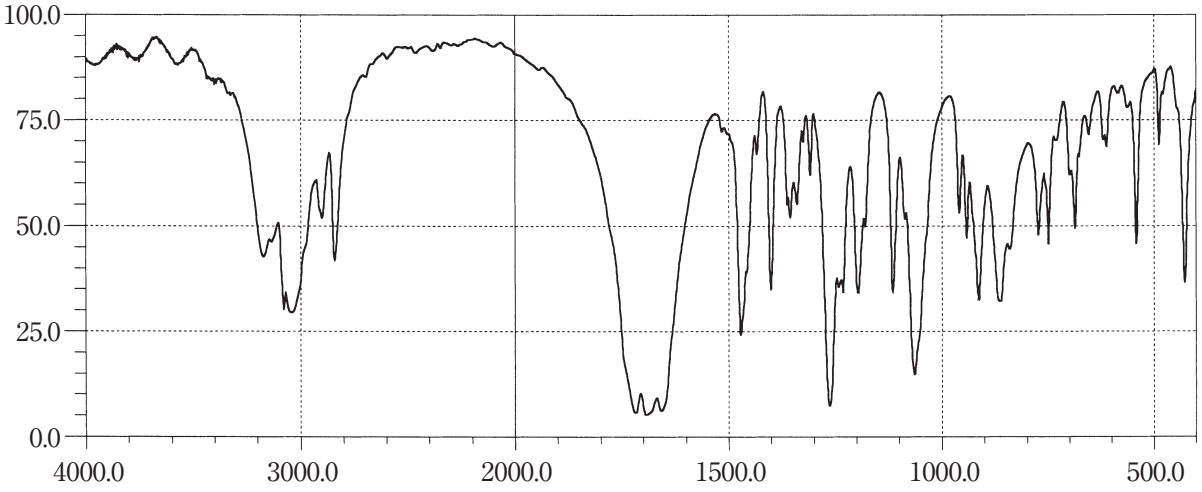
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

テオフィリン



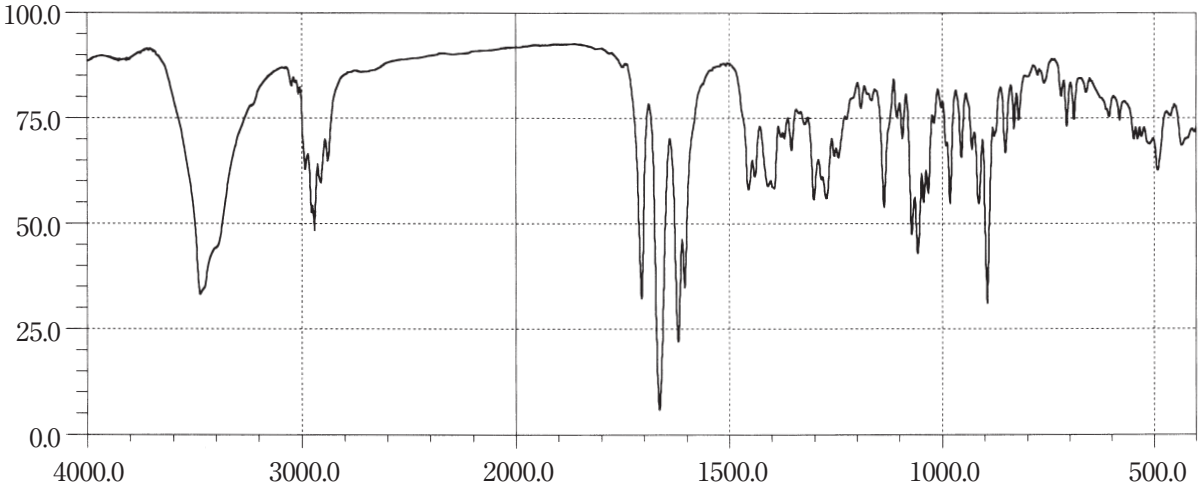
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

テガフール



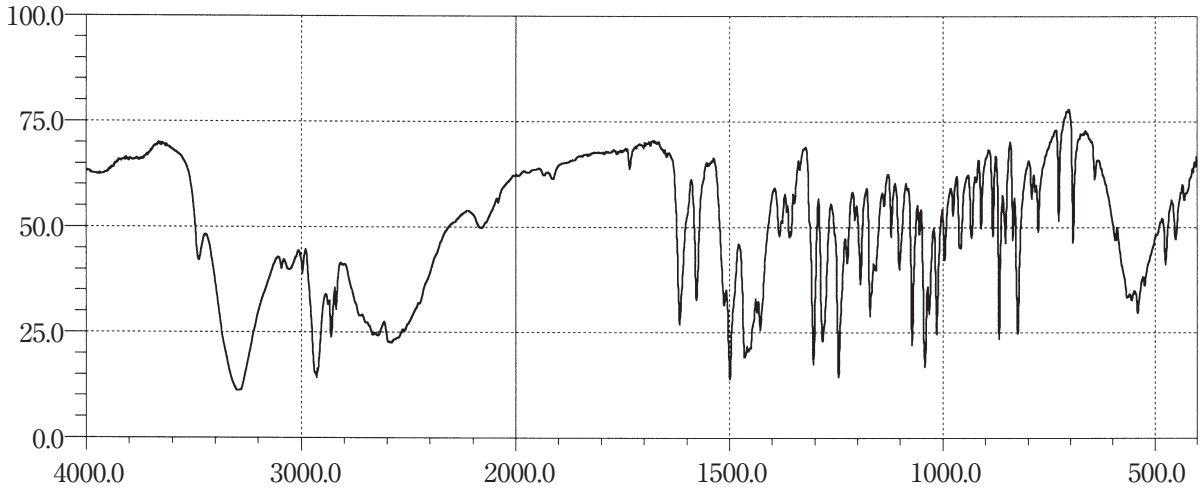
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

デキサメタゾン



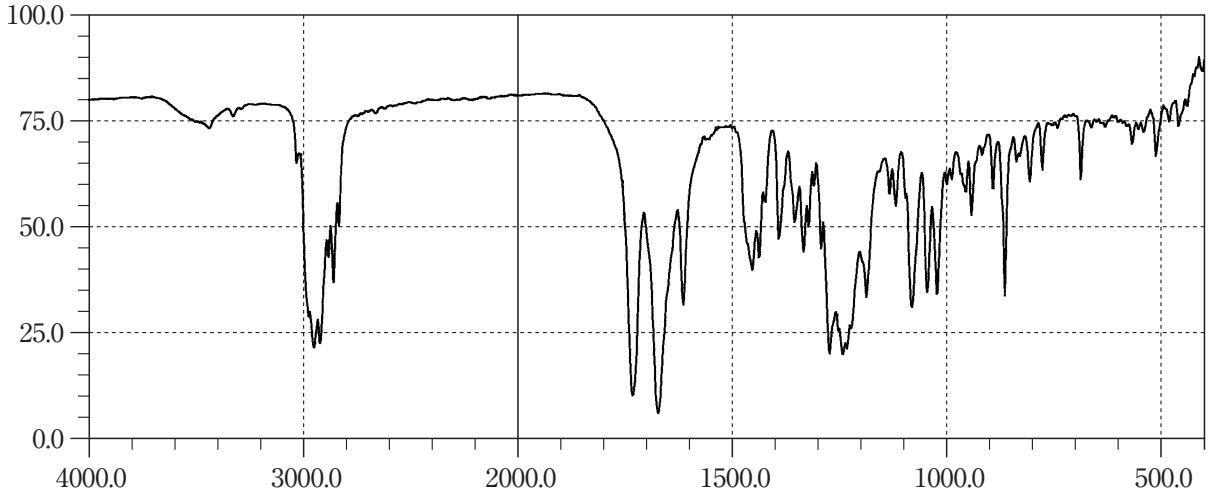
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物



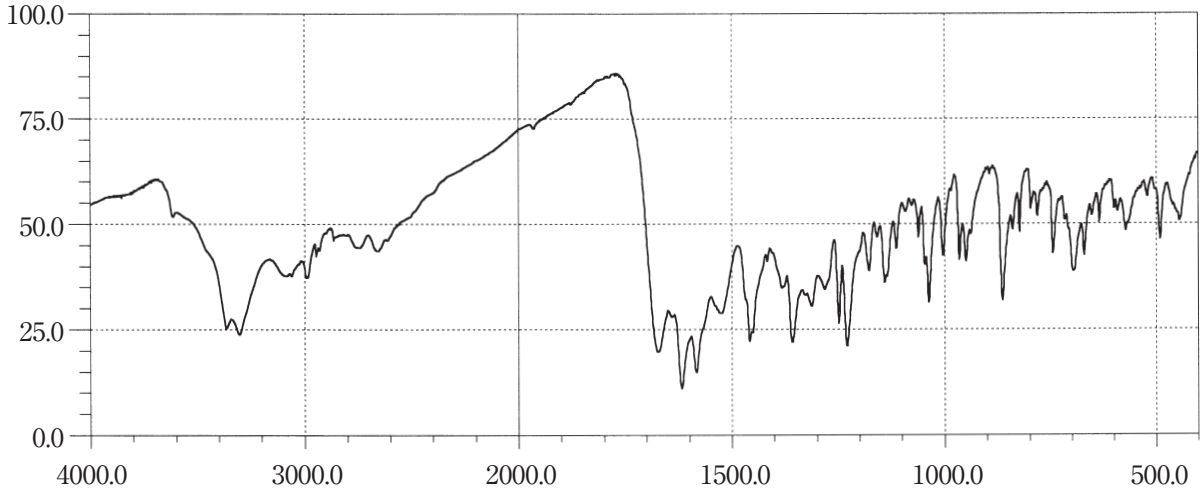
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

テストステロンプロピオン酸エステル



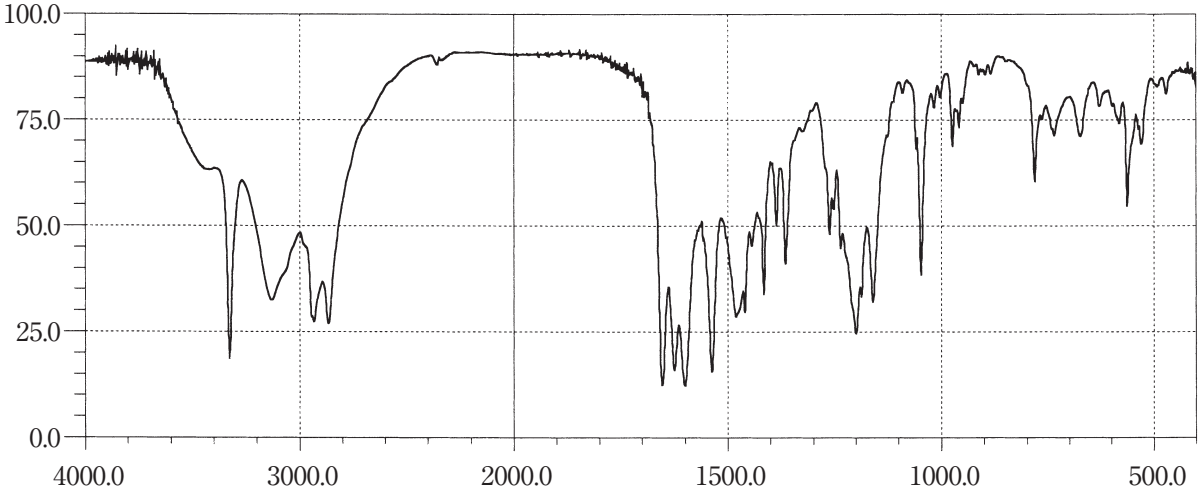
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

テトラサイクリン塩酸塩



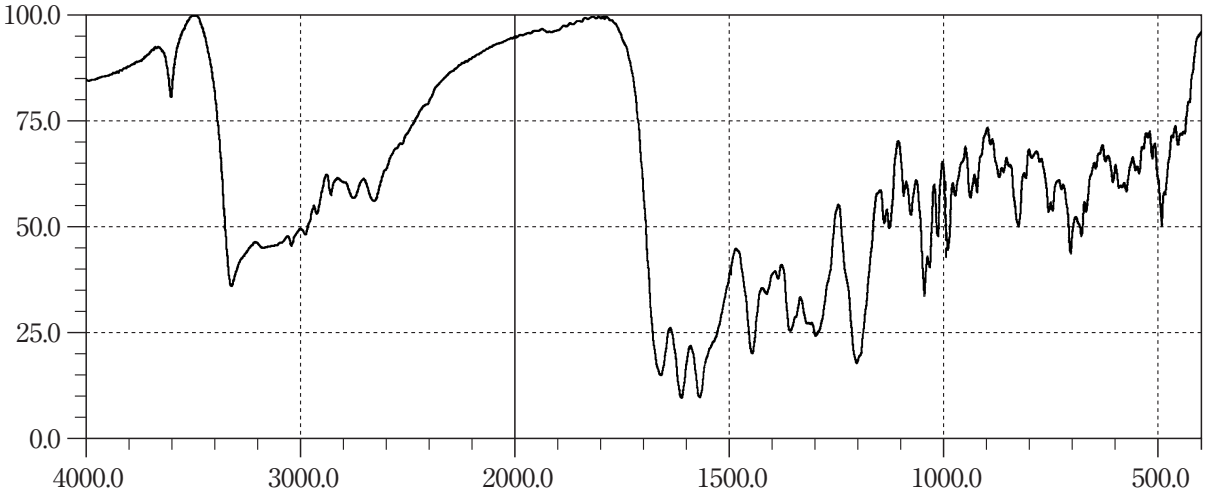
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

デフェロキサミンメシル酸塩



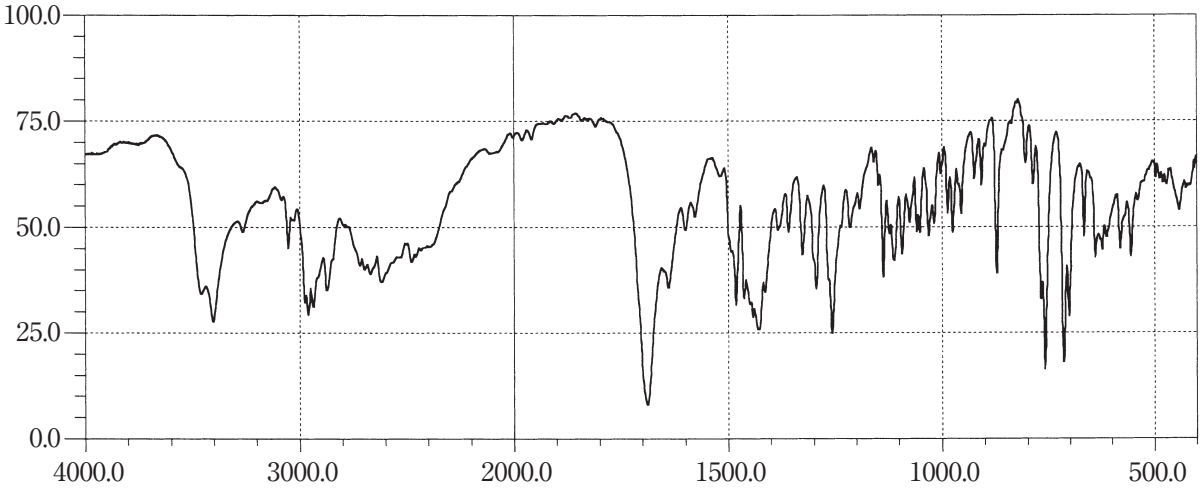
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩



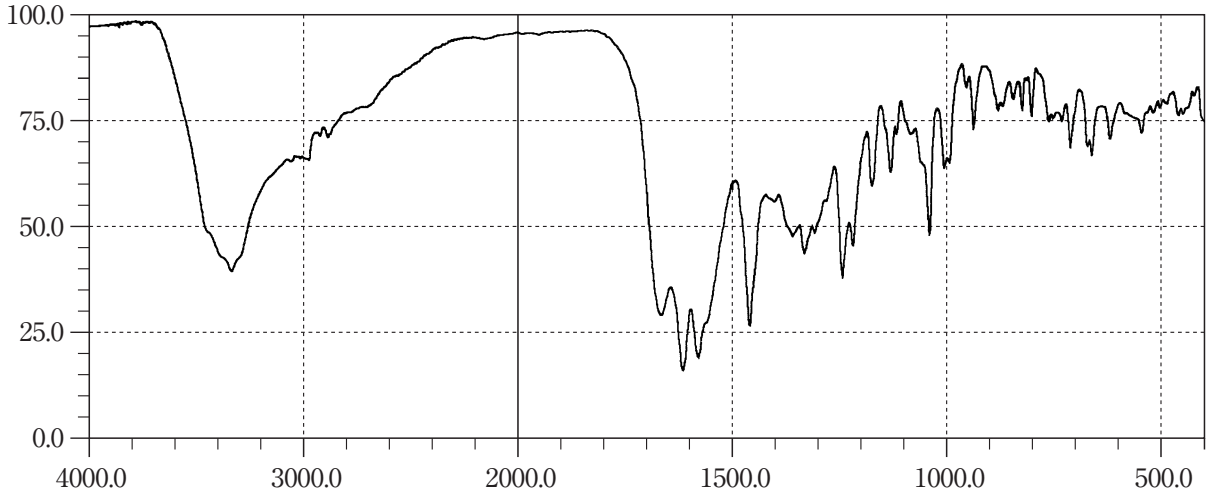
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ドキサプラム塩酸塩水和物



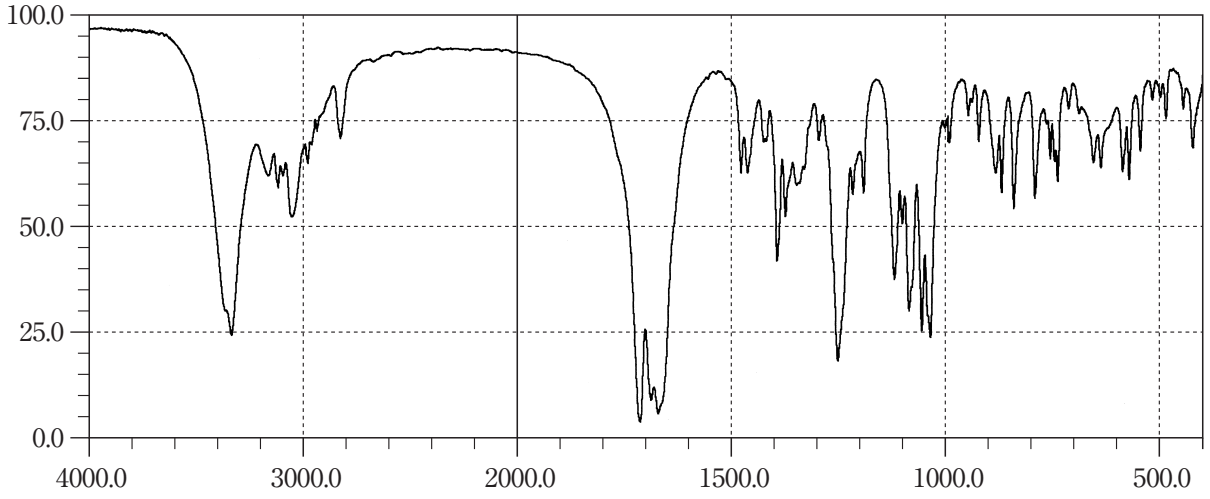
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ドキシサイクリン塩酸塩水和物



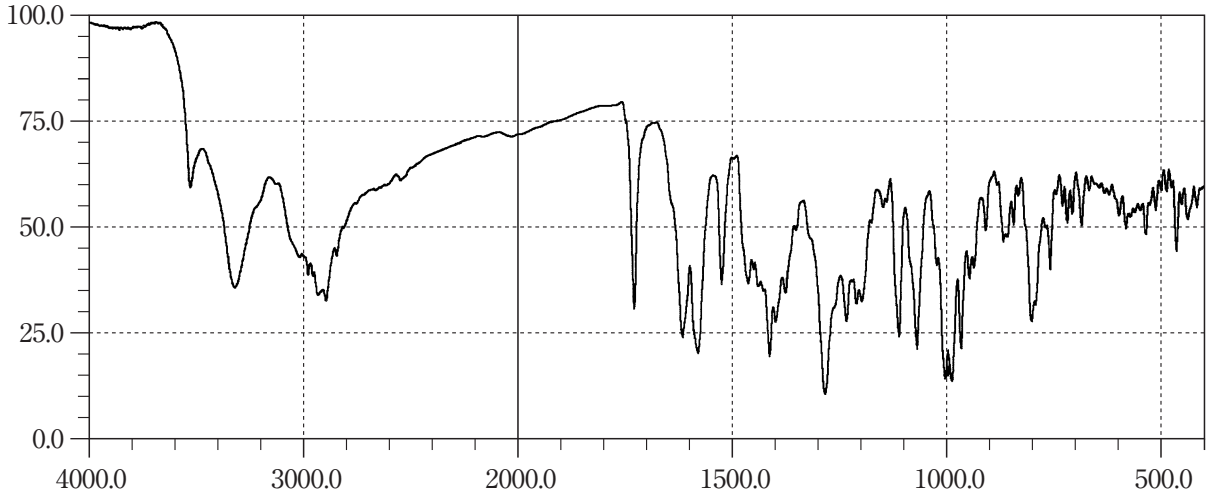
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ドキシフルリジン



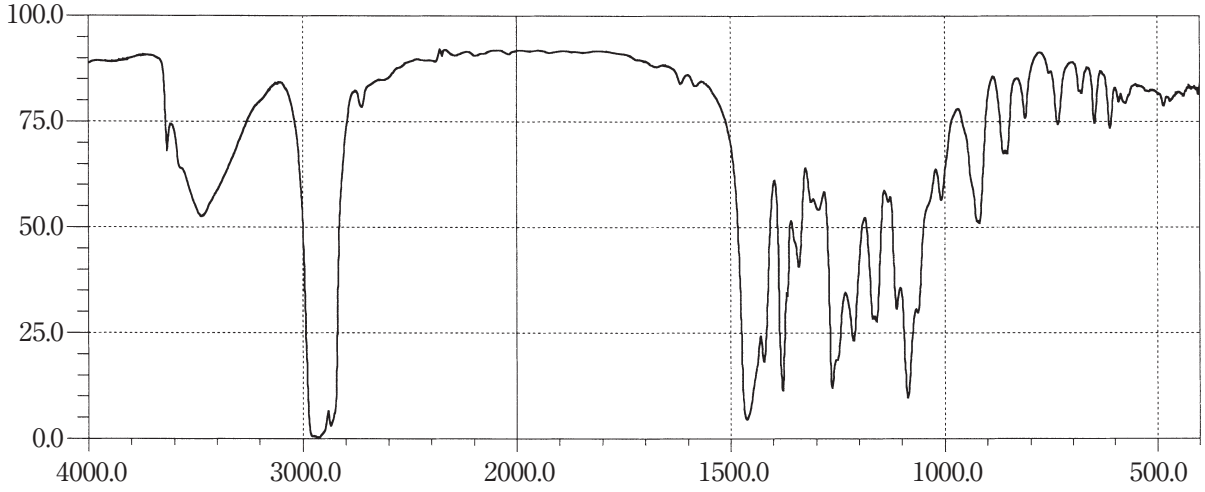
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ドキソルビシン塩酸塩



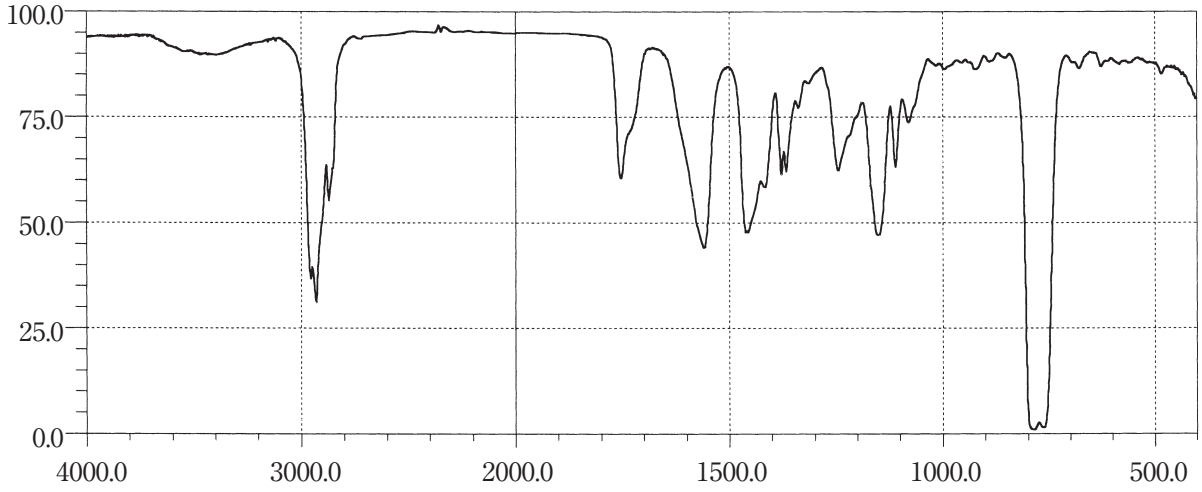
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

トコフェロール



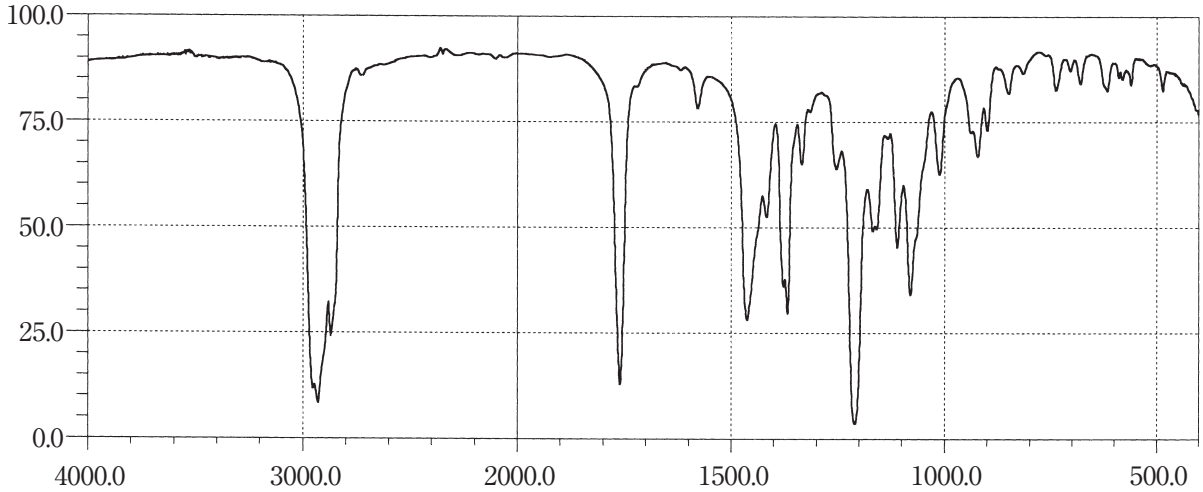
試料調製法：液膜法

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム



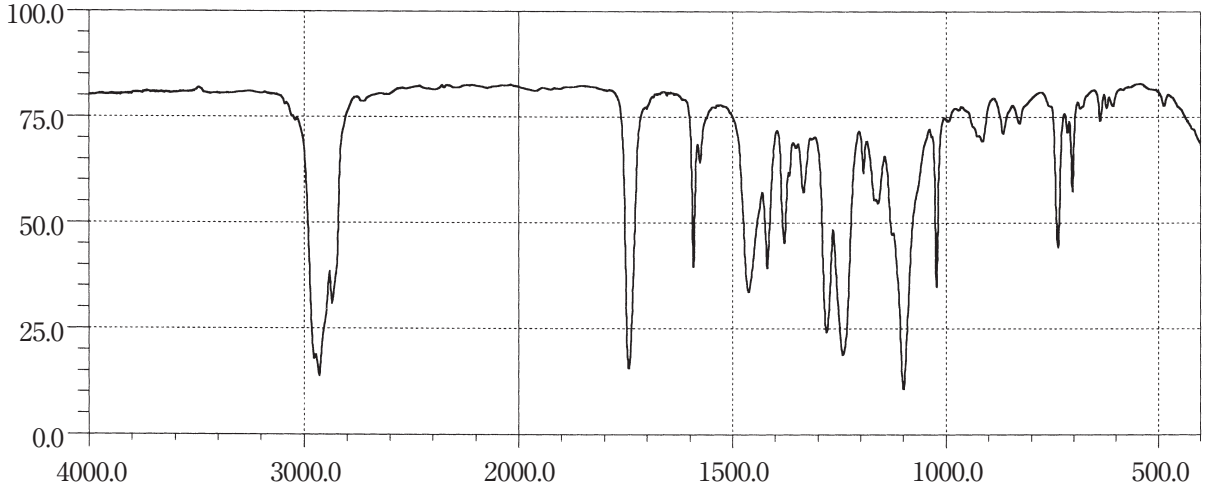
試料調製法：液膜法（本品0.08gを四塩化炭素0.2mLに溶かした液）

トコフェロール酢酸エステル



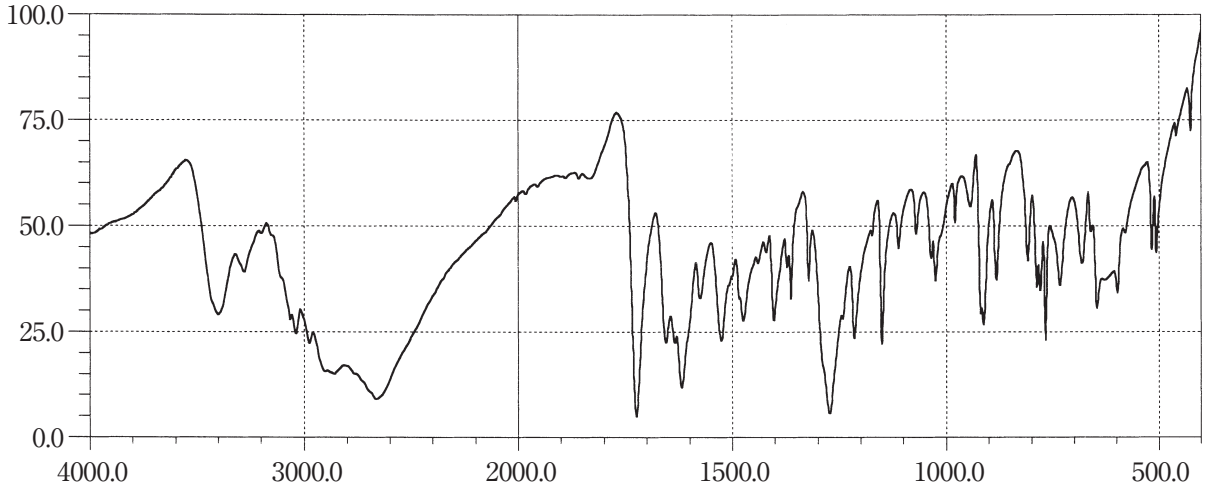
試料調製法：液膜法

トコフェロールニコチン酸エステル



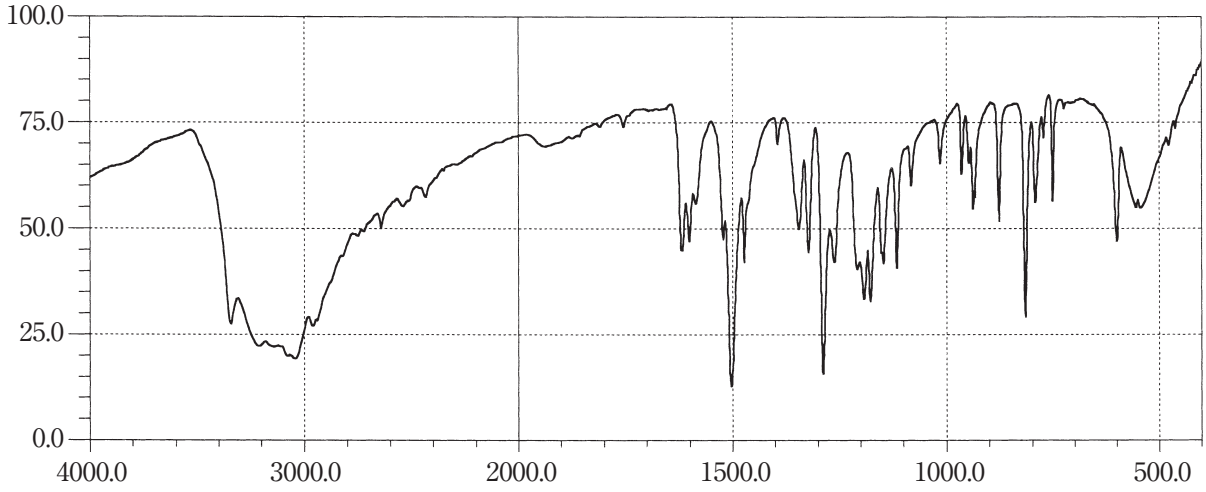
試料調製法：液膜法

トドララジン塩酸塩水和物



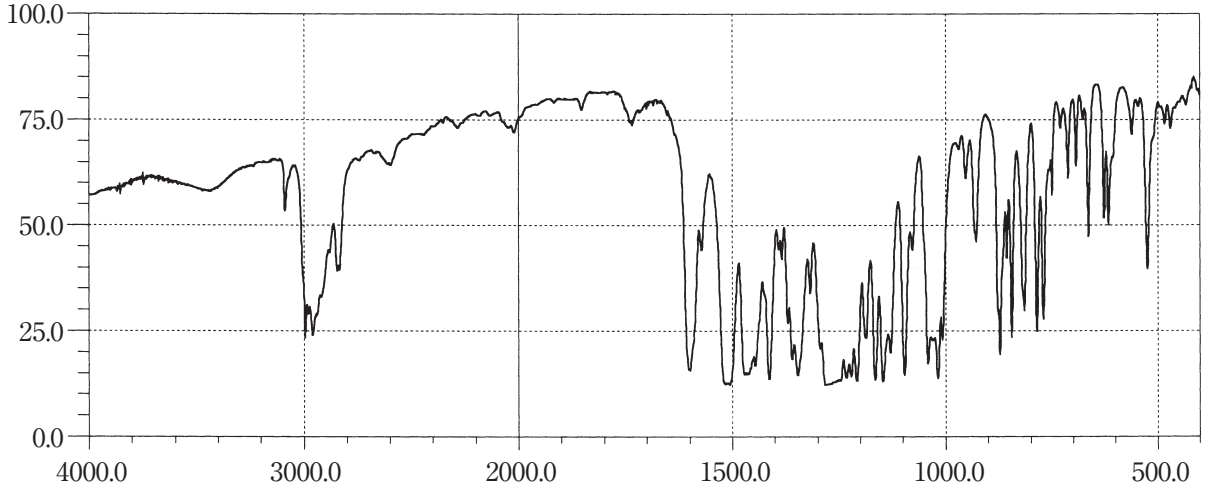
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ドパミン塩酸塩



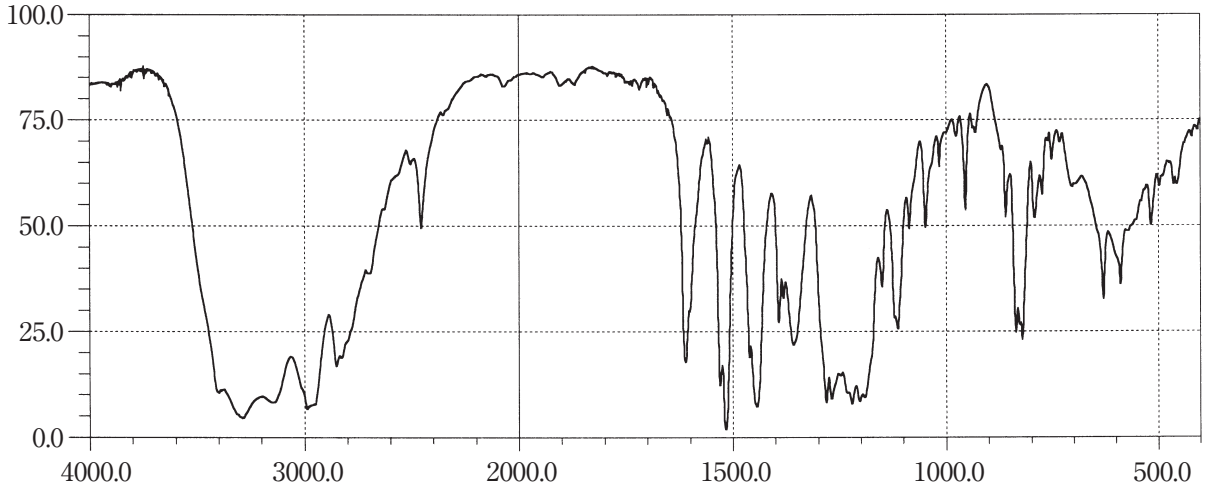
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

トフィソパム



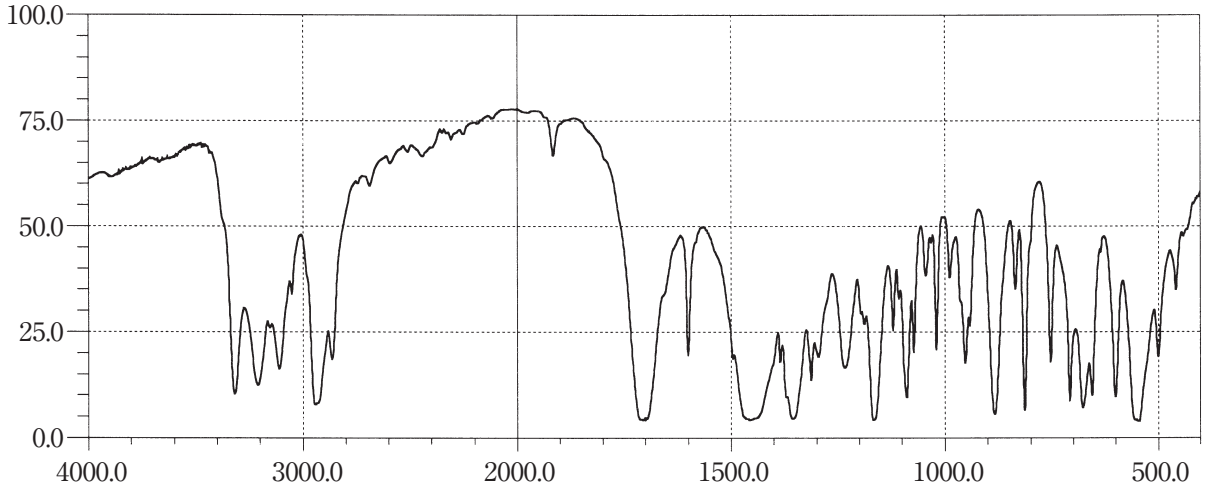
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ドブタミン塩酸塩



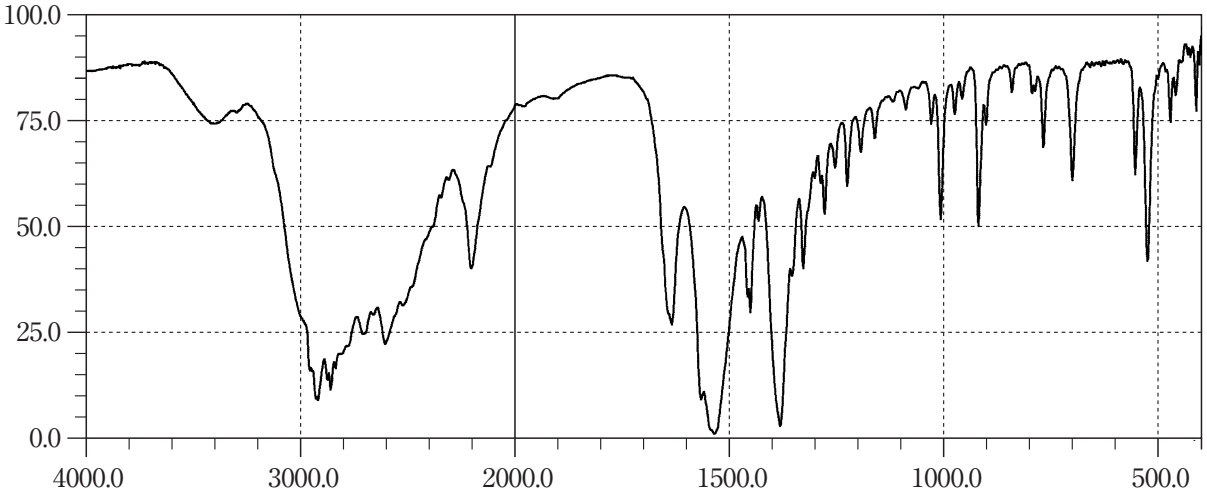
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トラザミド



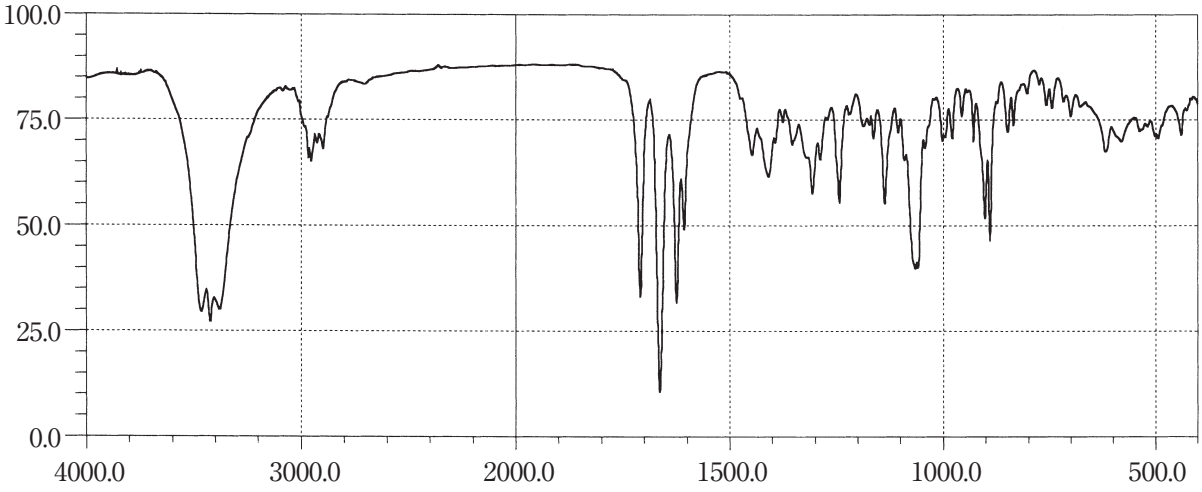
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トラネキサム酸



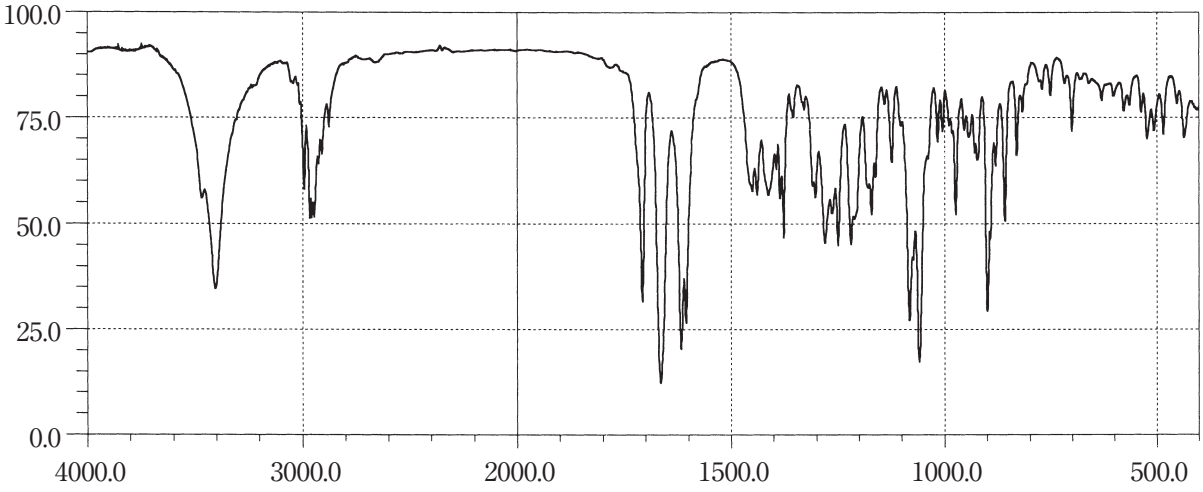
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トリアムシノロン



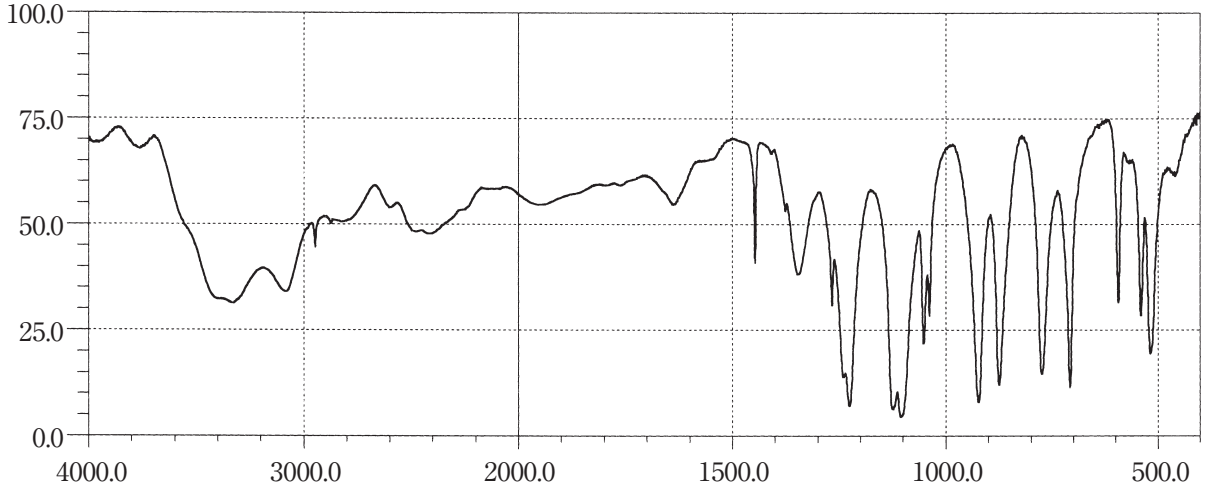
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トリアムシノロンアセトニド



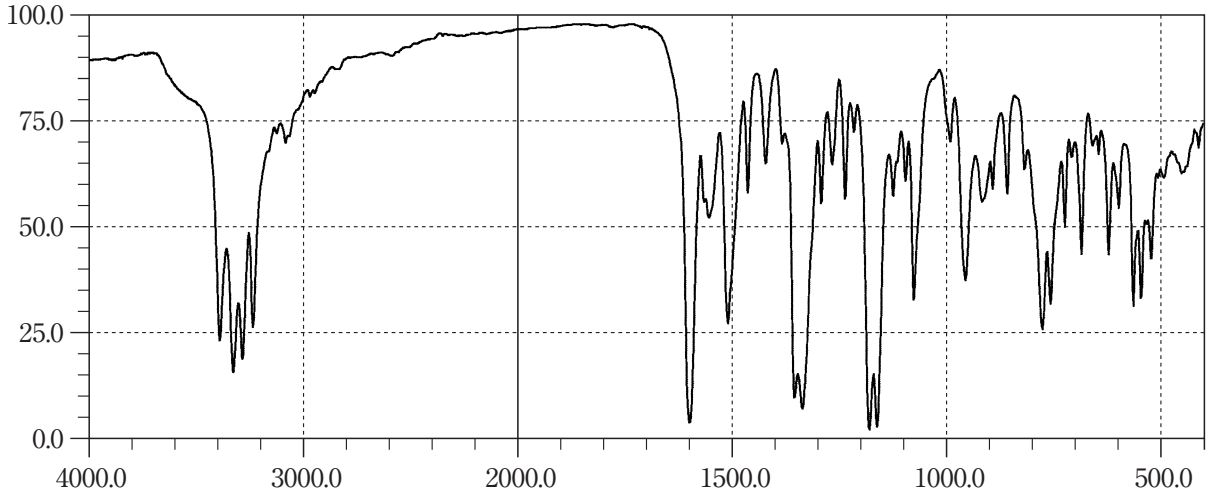
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トリクロホスナトリウム



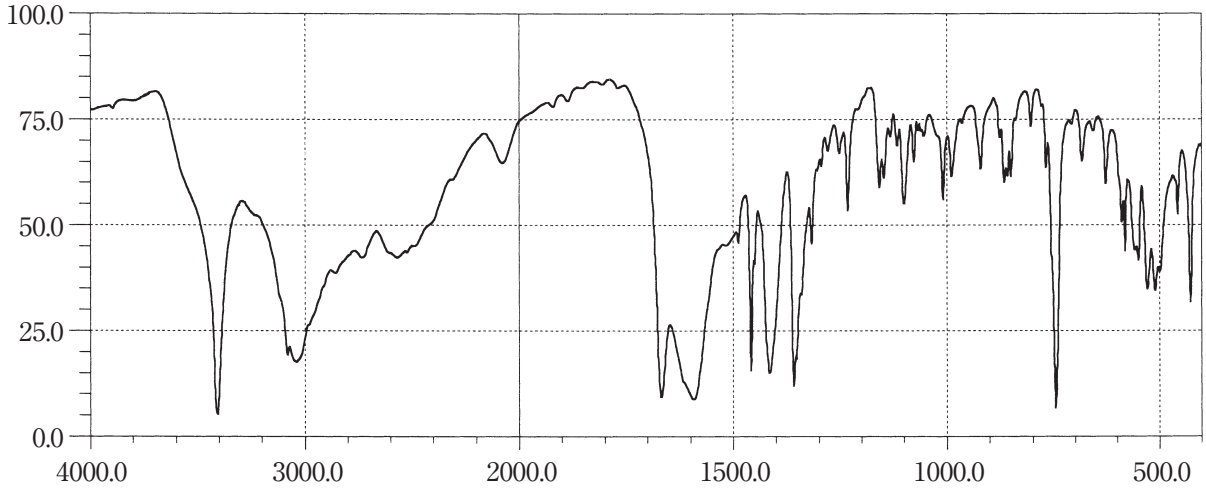
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トリクロルメチアジド



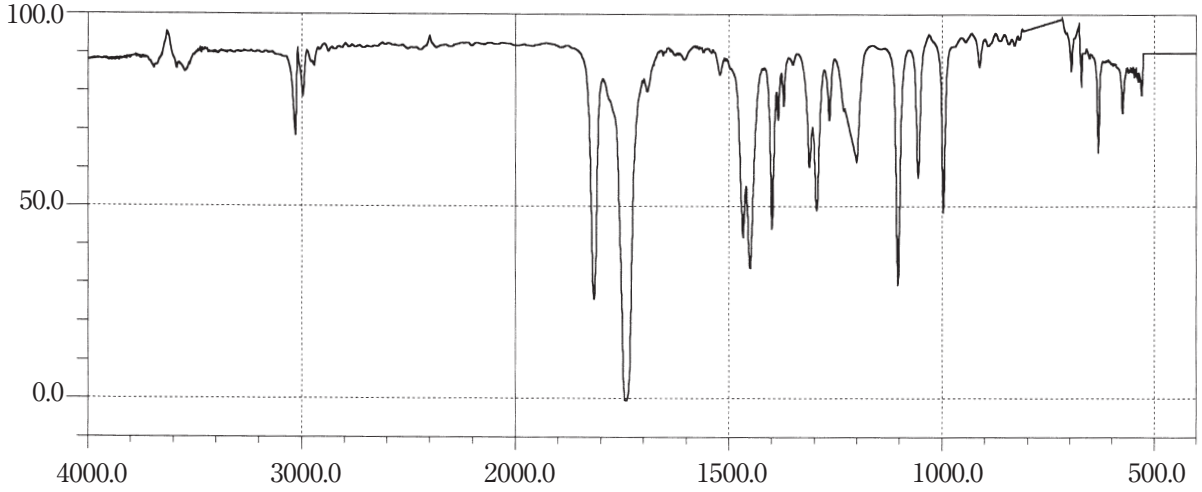
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-トリプトファン



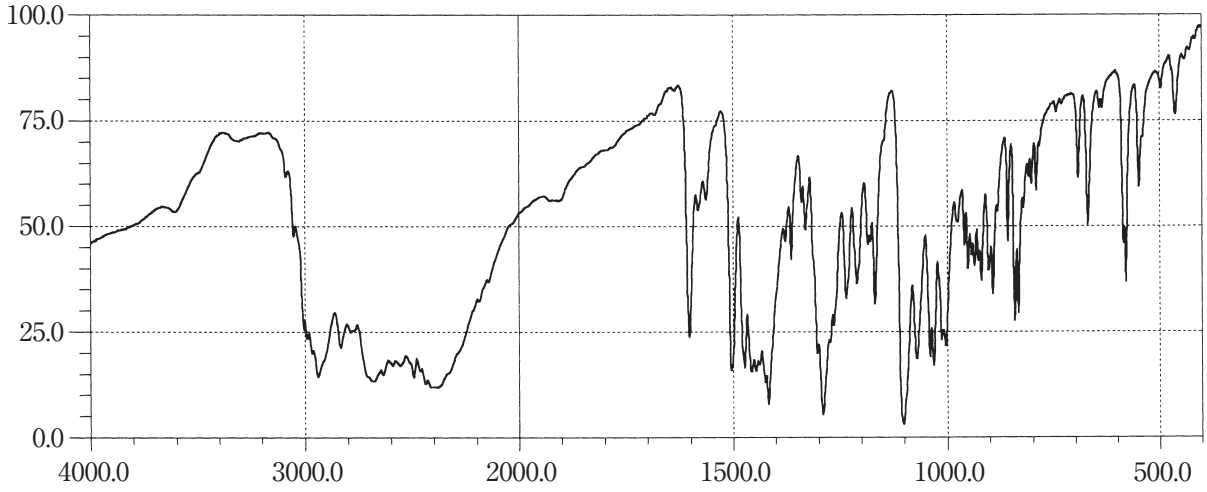
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トリメタジオン



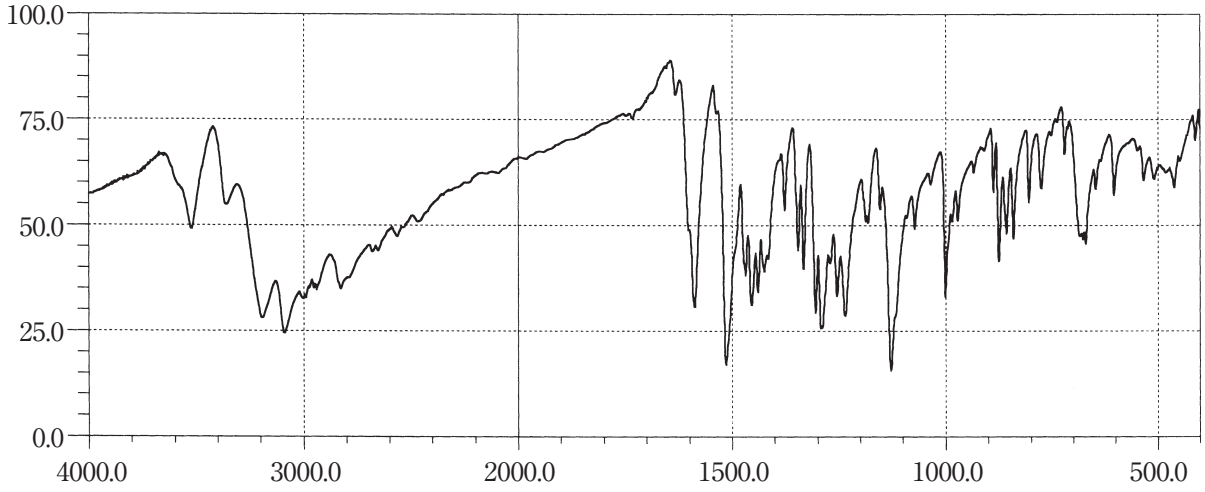
試料調製法：溶液法（クロロホルム溶液）

トリメタジジン塩酸塩



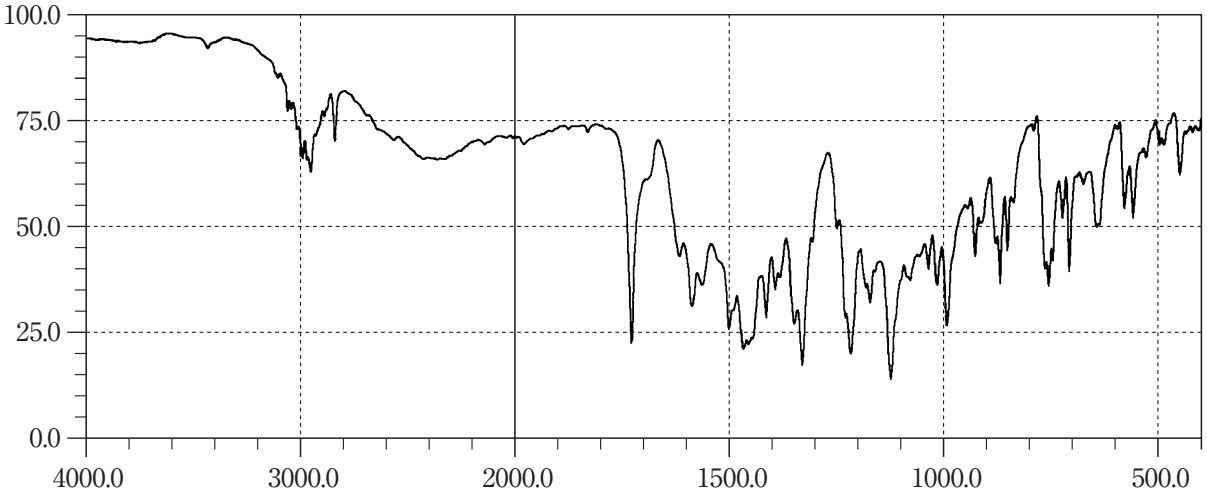
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

トリメトキノール塩酸塩水和物



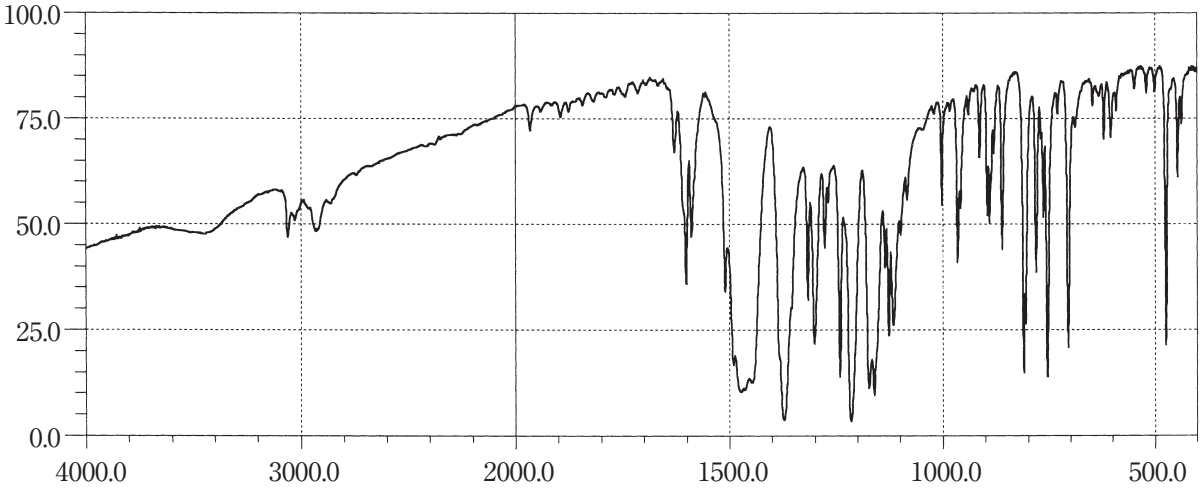
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

トリメブチンマレイン酸塩



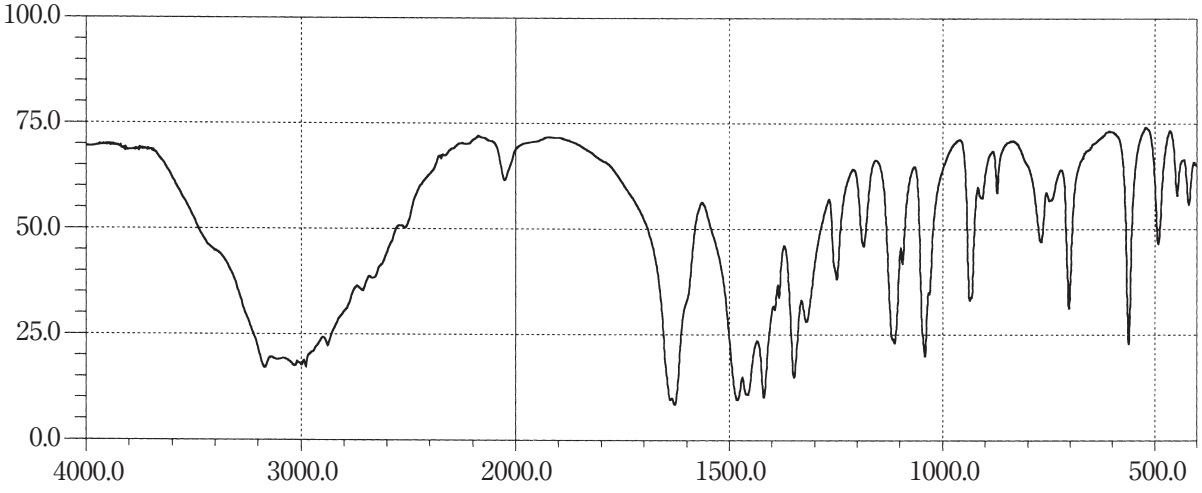
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

トルナフタート



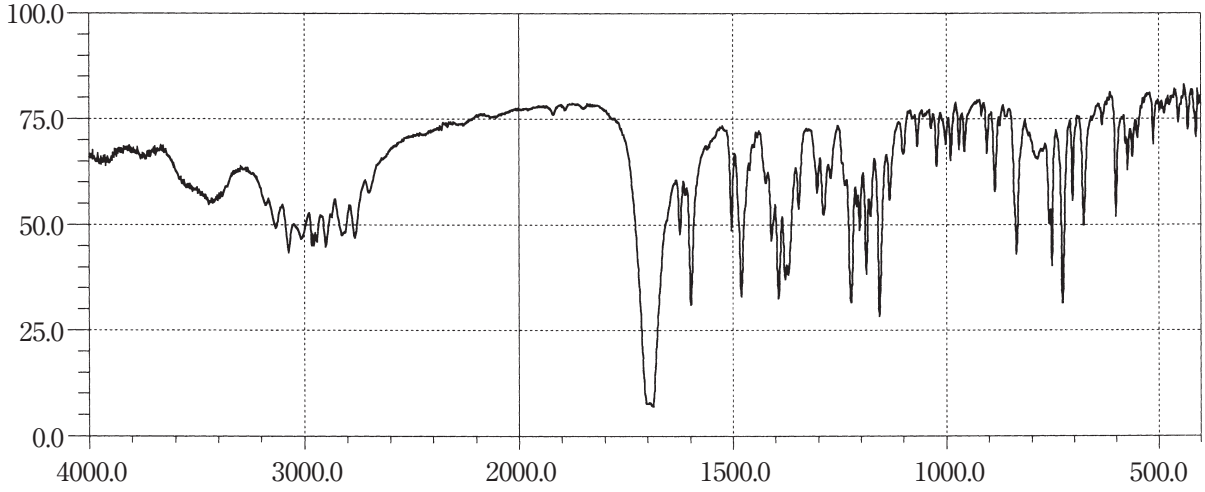
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-トレオニン



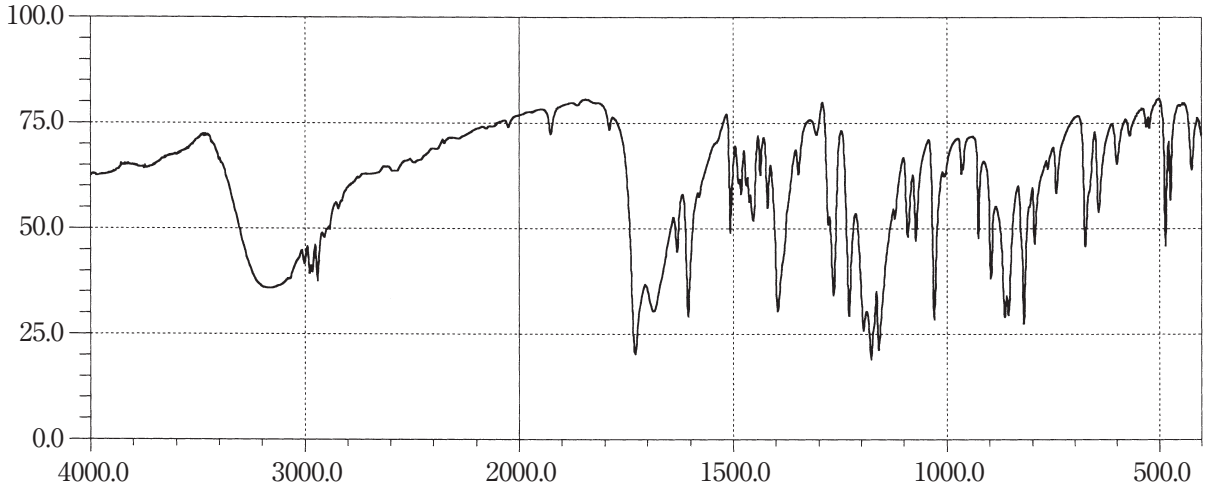
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ドロペリドール



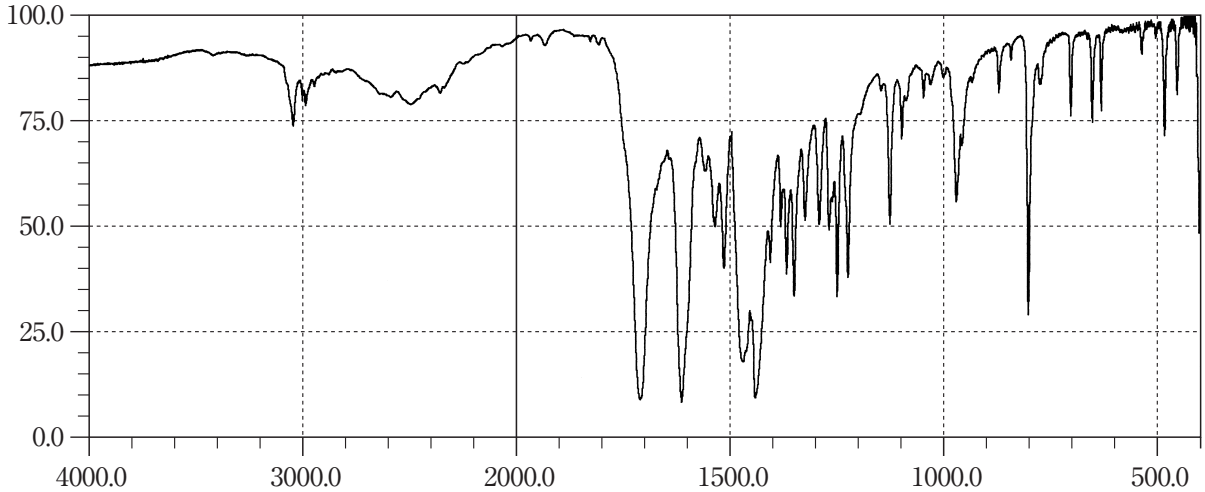
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ナプロキセン



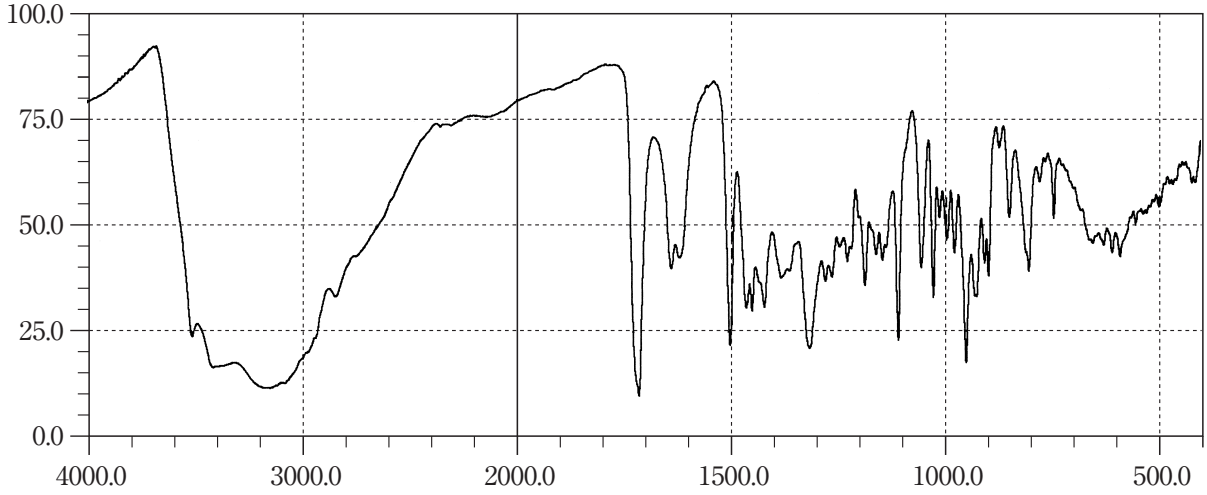
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ナリジクス酸



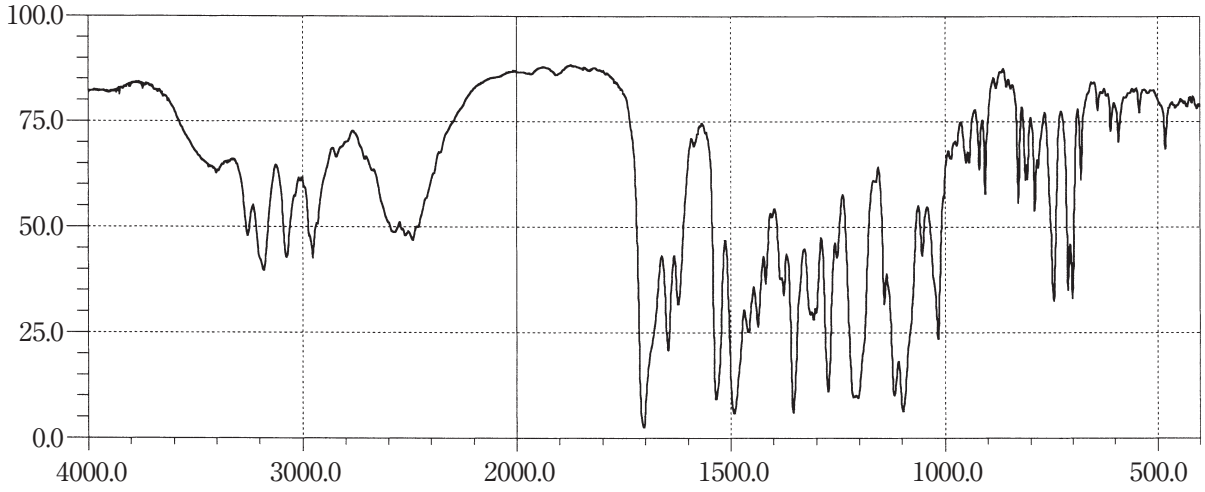
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ナロキソン塩酸塩



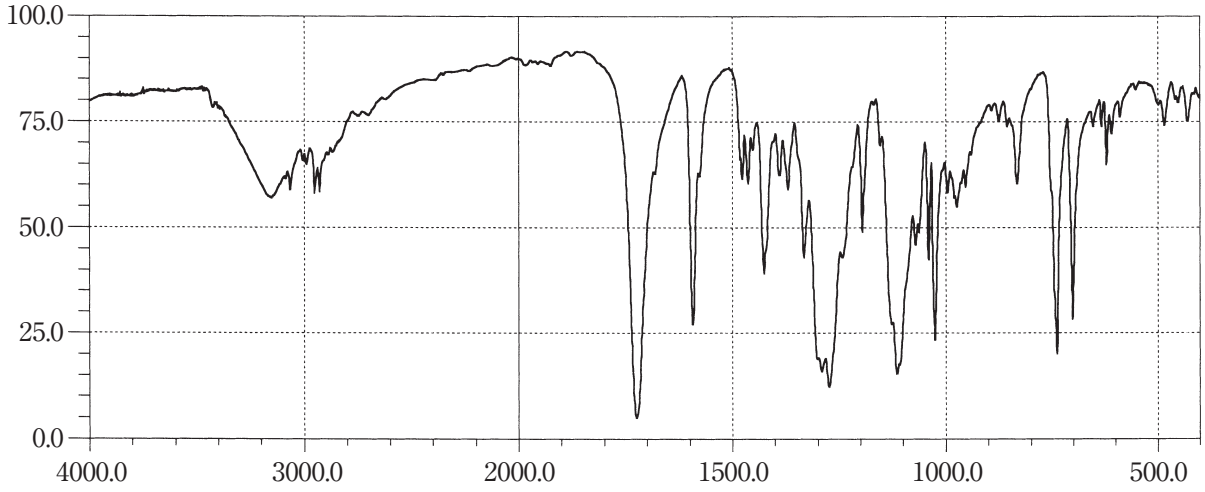
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ニカルジピン塩酸塩



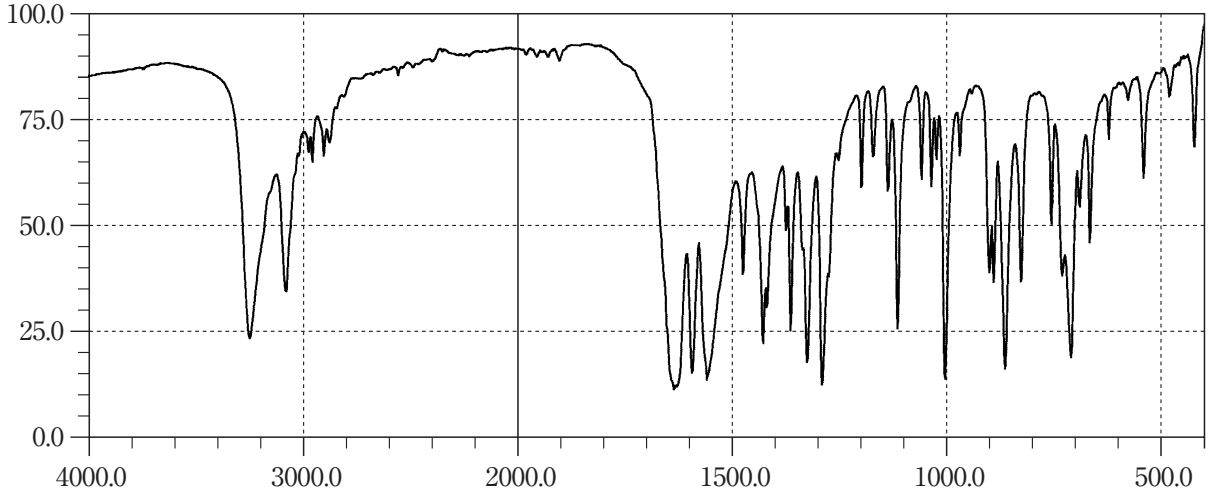
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニコモール



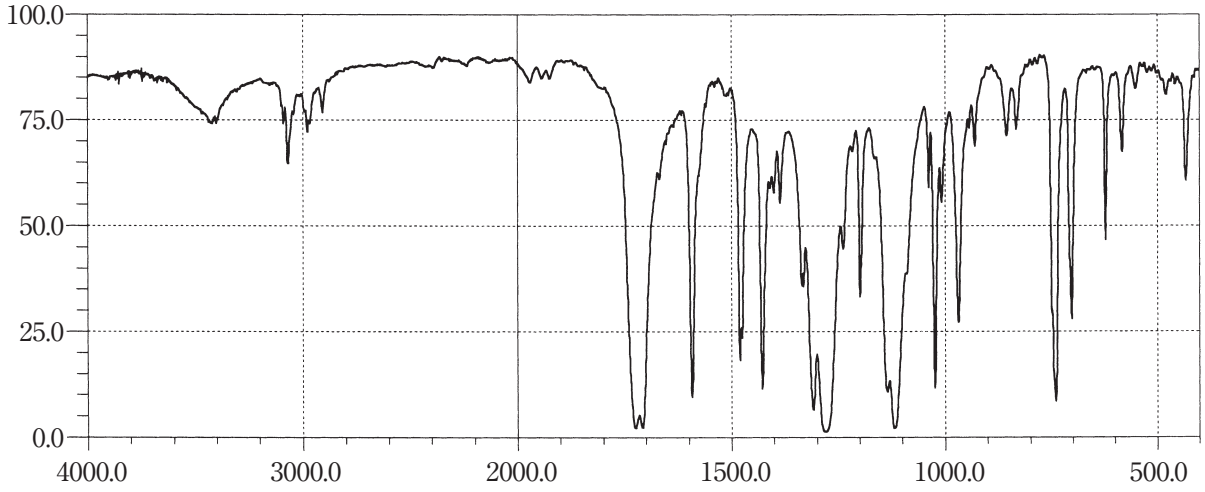
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニコランジル



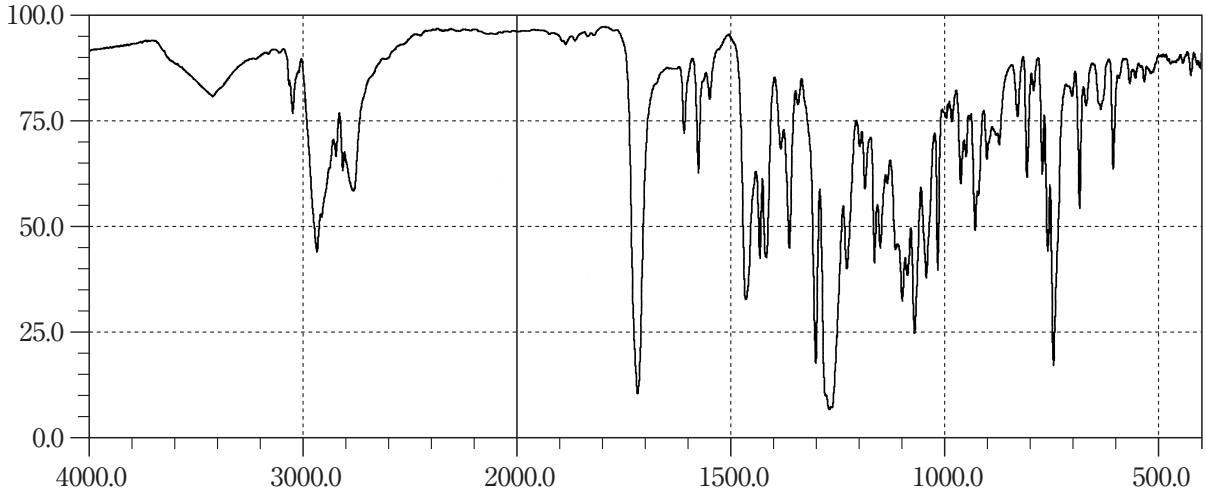
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニセリトロール



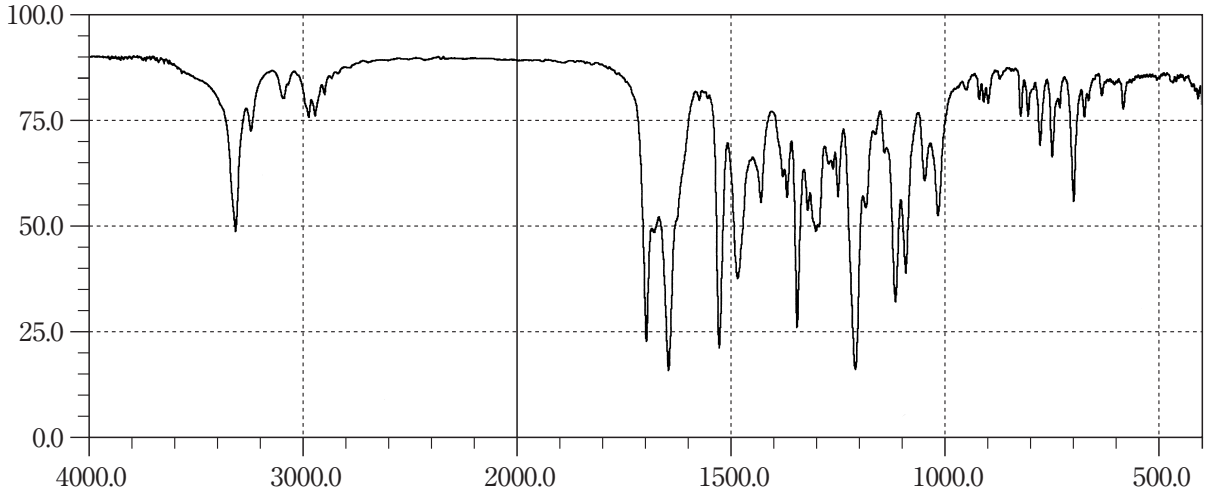
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニセルゴリン



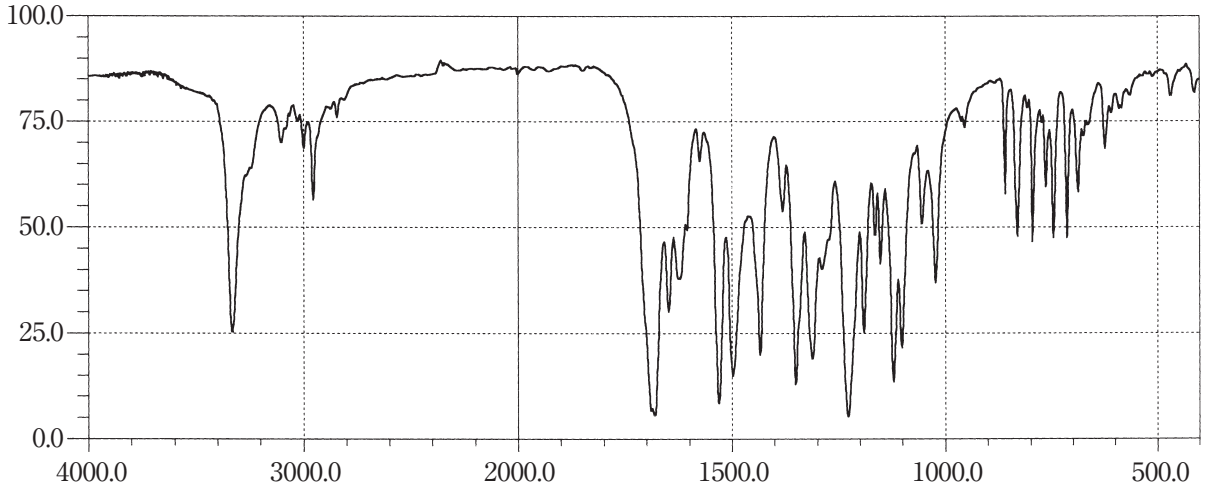
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニトレンジピン



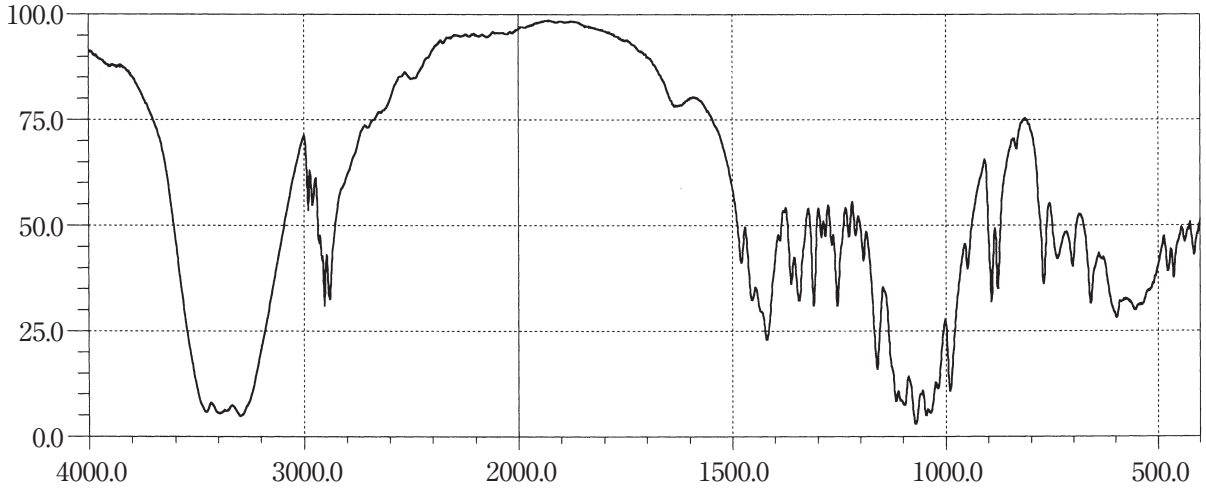
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニフェジピン



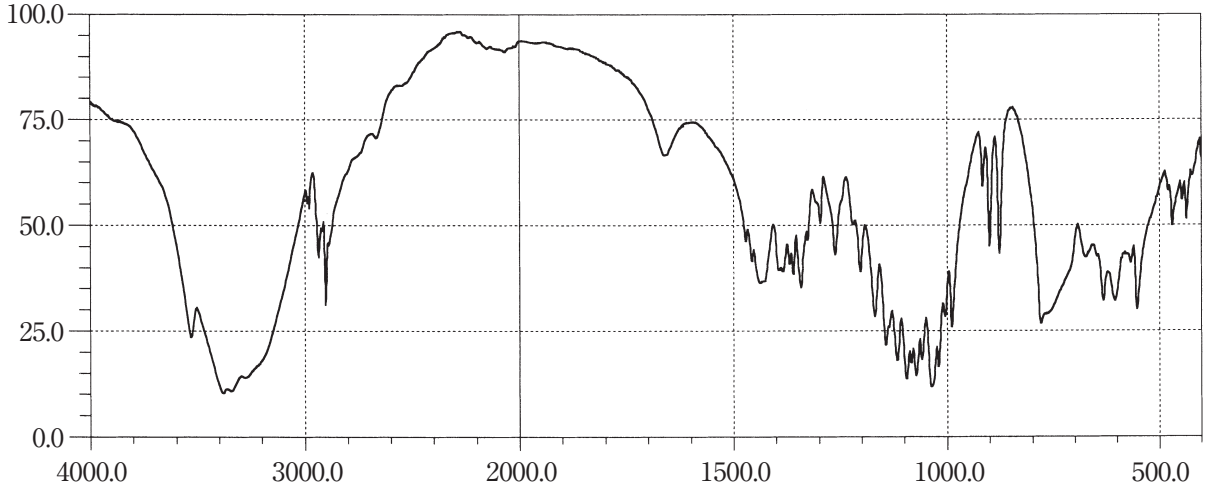
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

無水乳糖



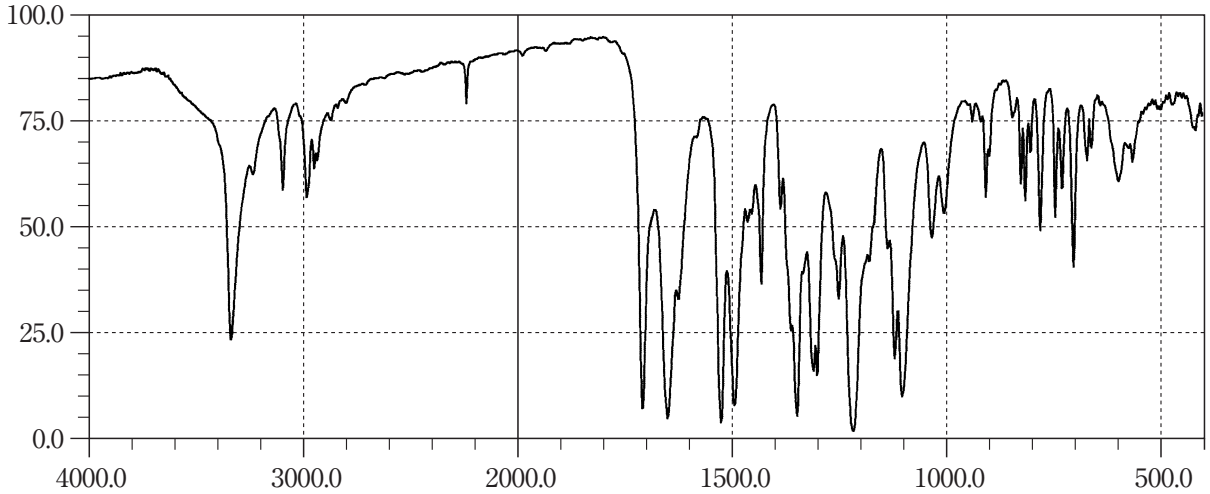
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

乳糖水和物



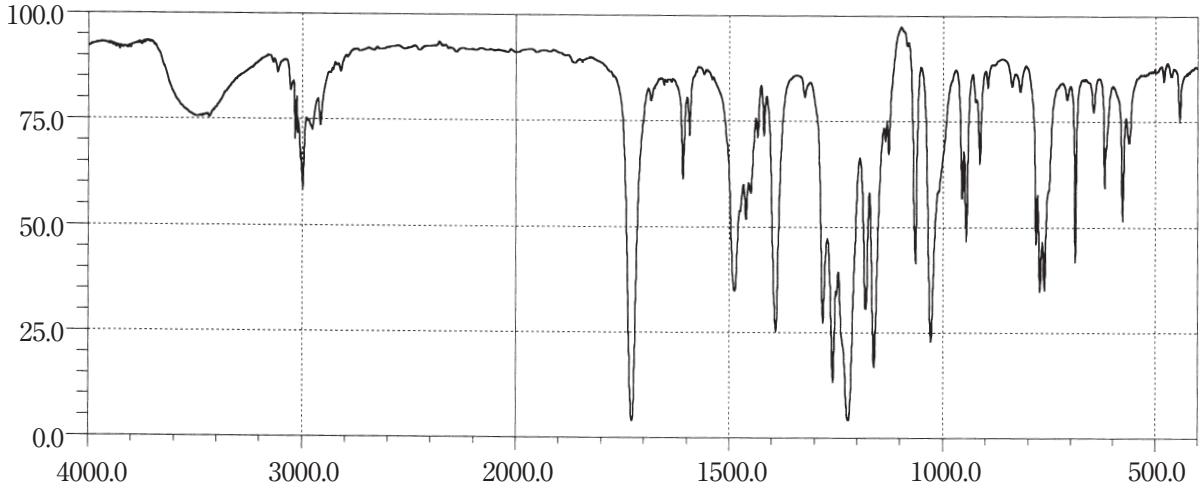
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ニルバジピン



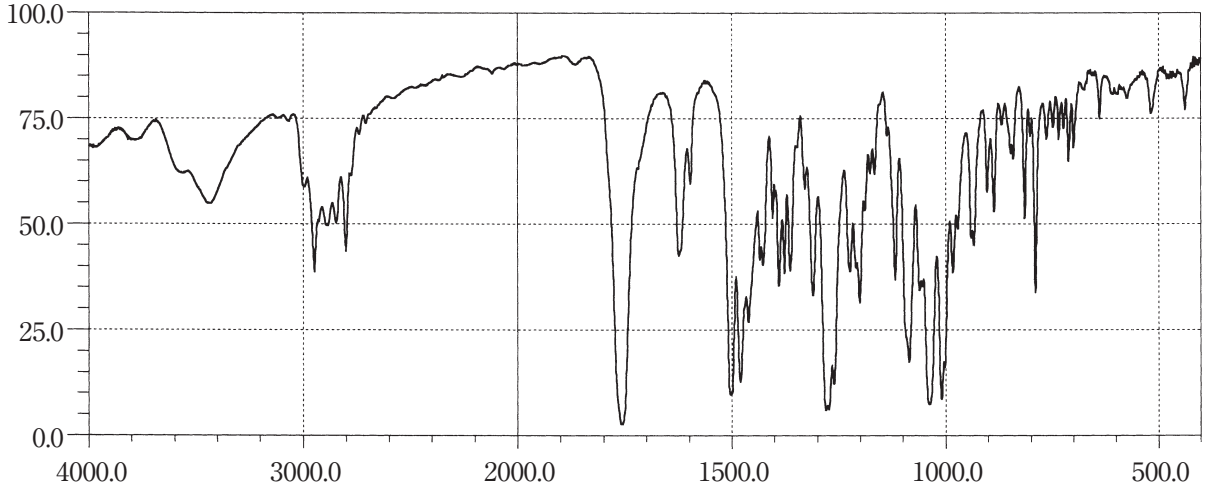
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ネオスチグミンメチル硫酸塩



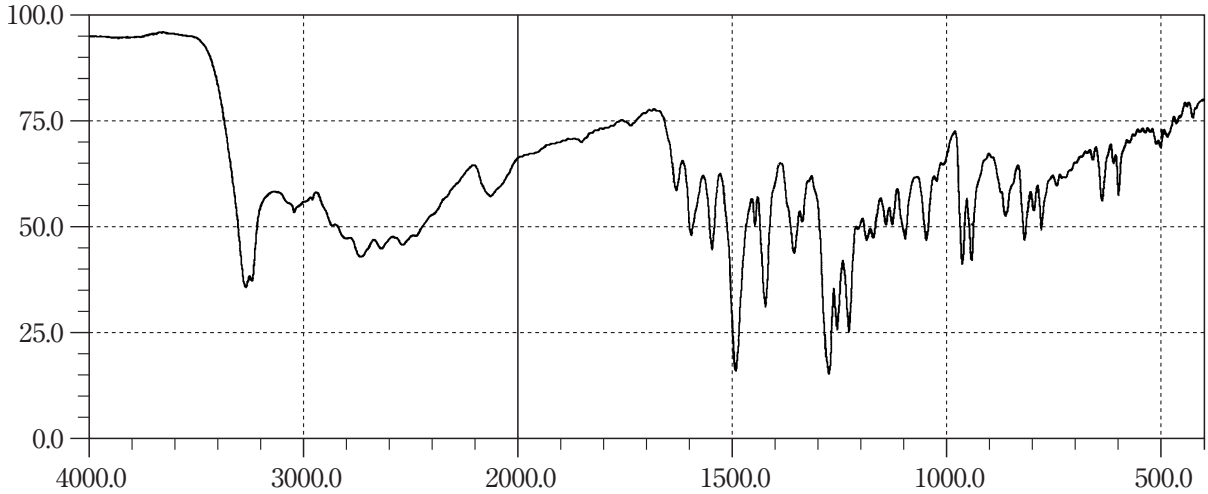
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ノスカピン



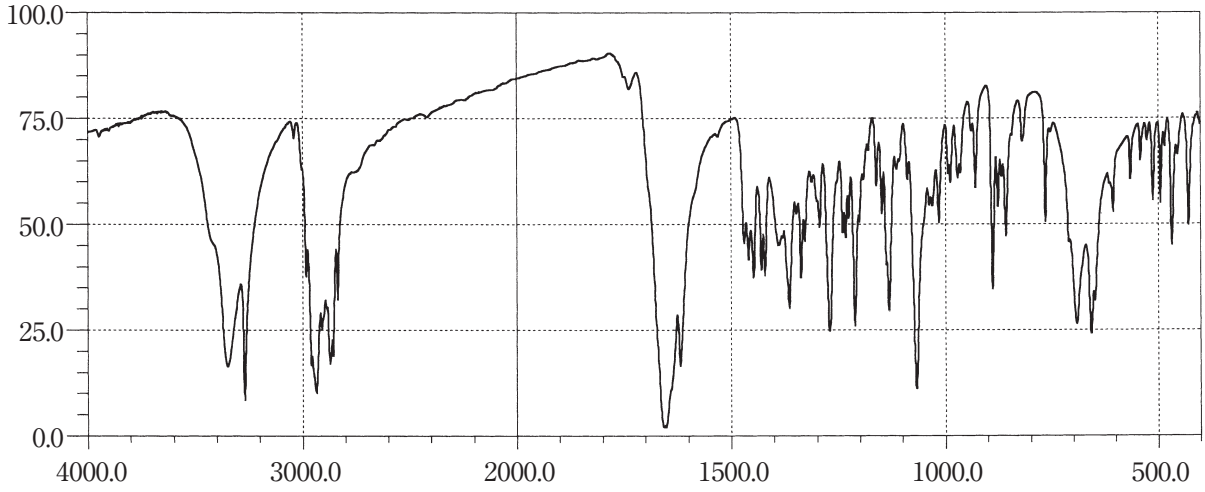
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ノルアドレナリン



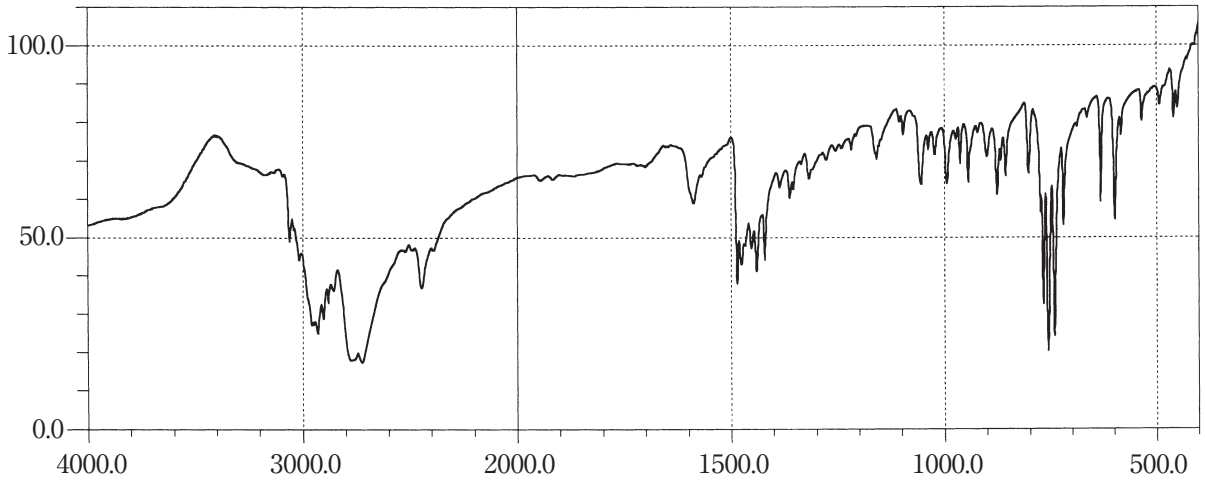
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ノルゲストレル



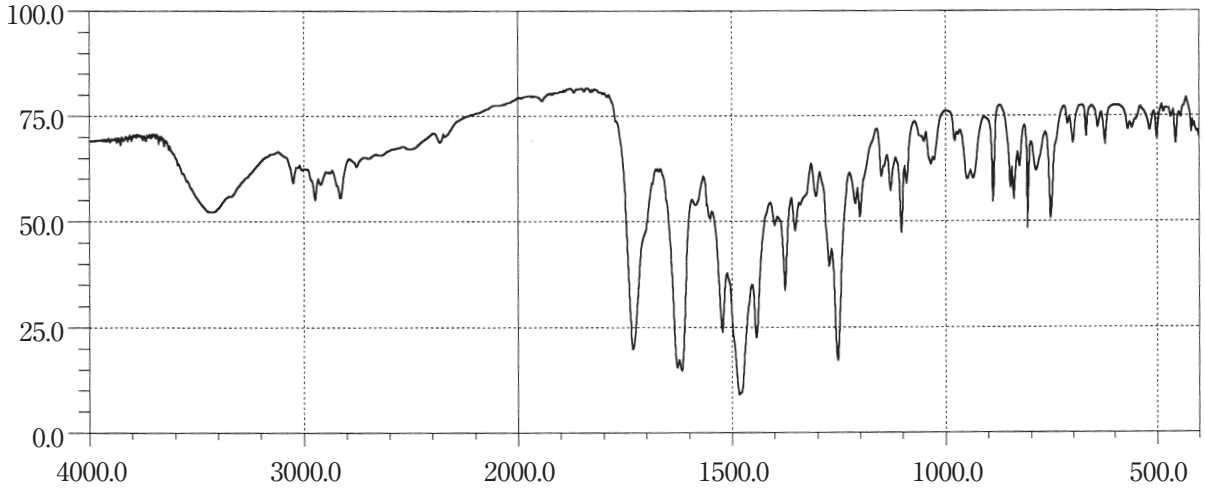
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ノルトリプチリン塩酸塩



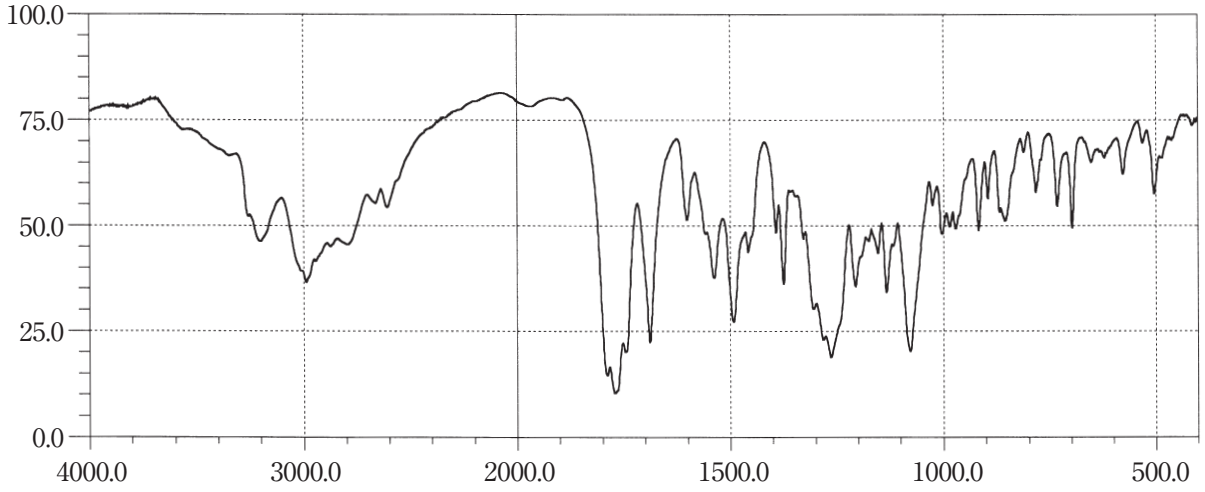
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ノルフロキサシン



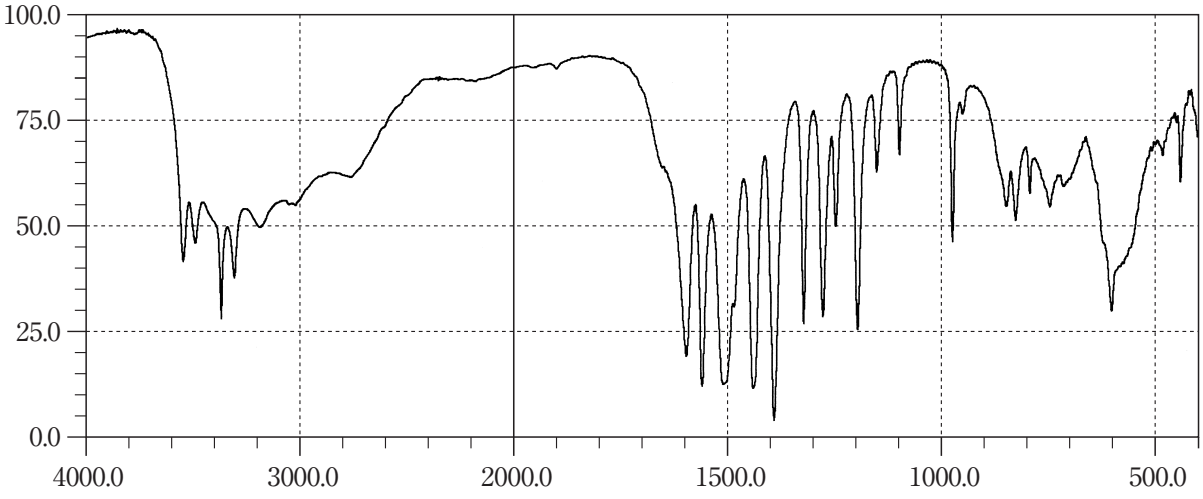
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

バカンピシリン塩酸塩



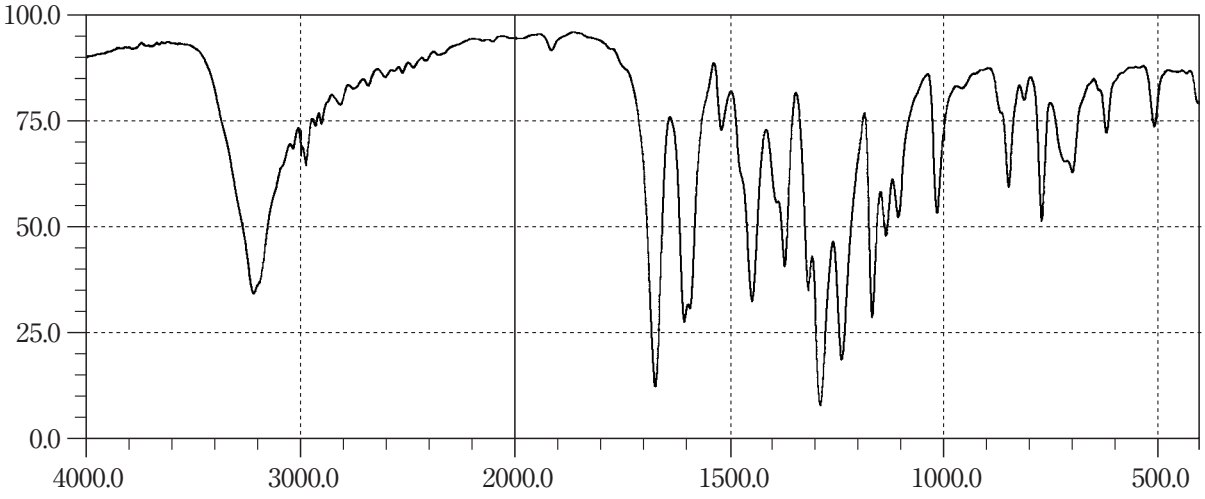
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

パラアミノサリチル酸カルシウム水和物



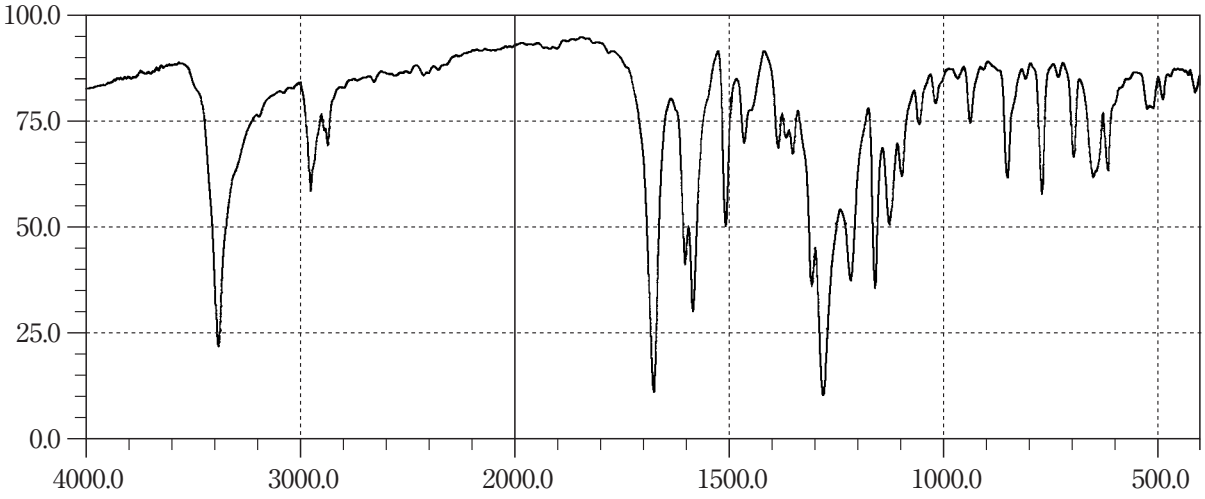
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

パラオキシ安息香酸エチル



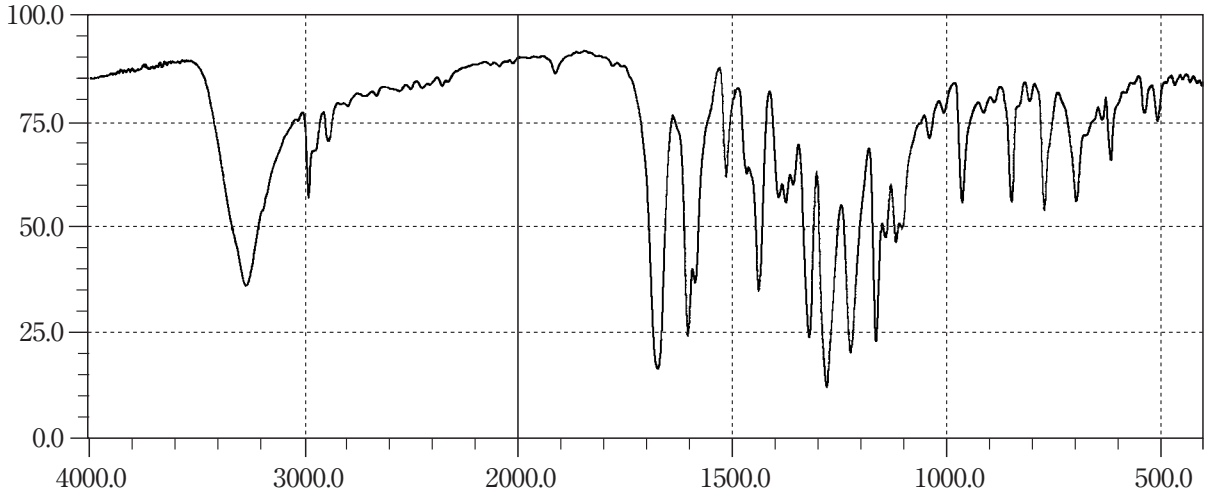
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

パラオキシ安息香酸ブチル



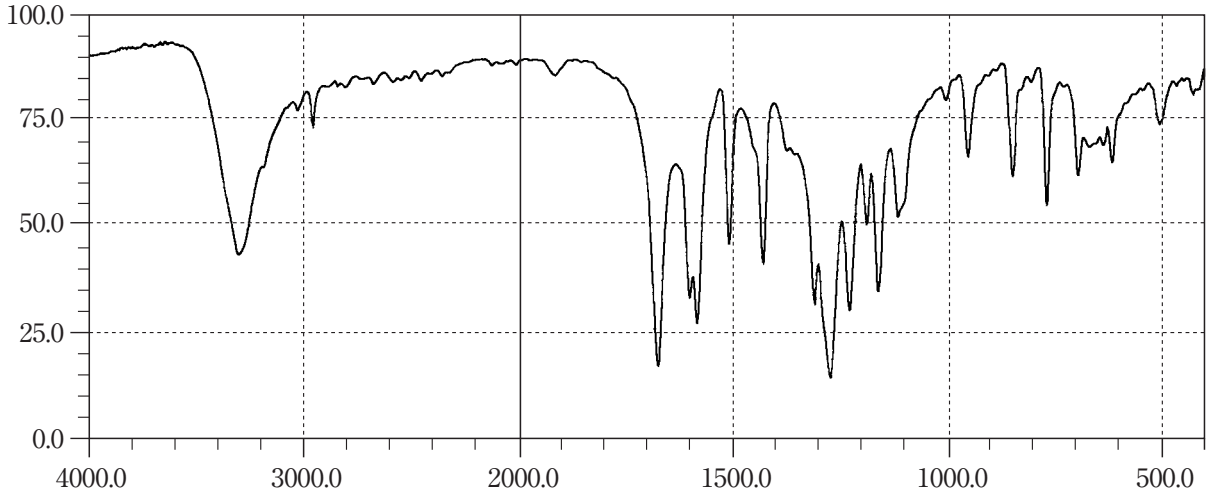
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

パラオキシ安息香酸プロピル



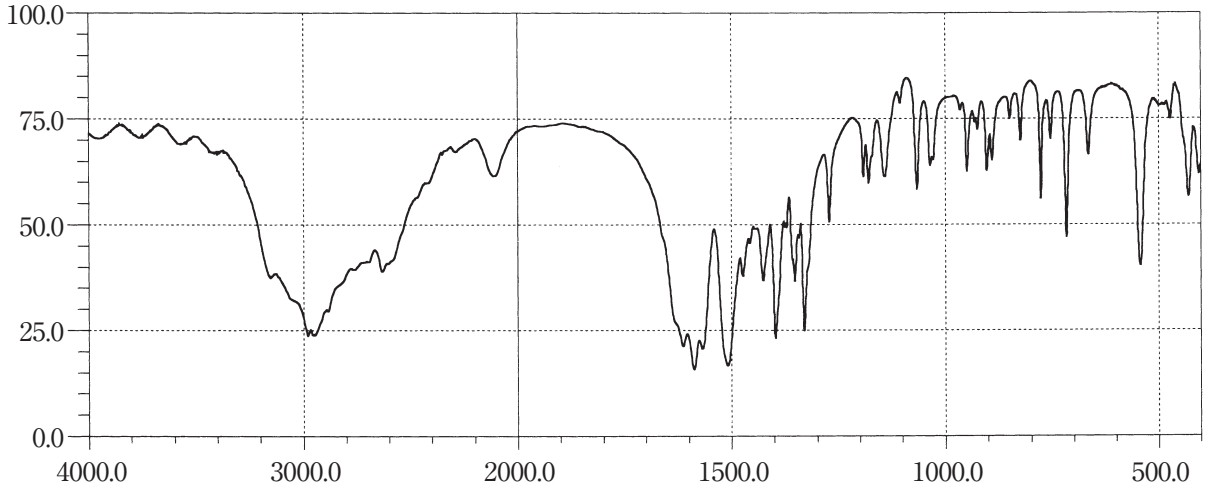
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

パラオキシ安息香酸メチル



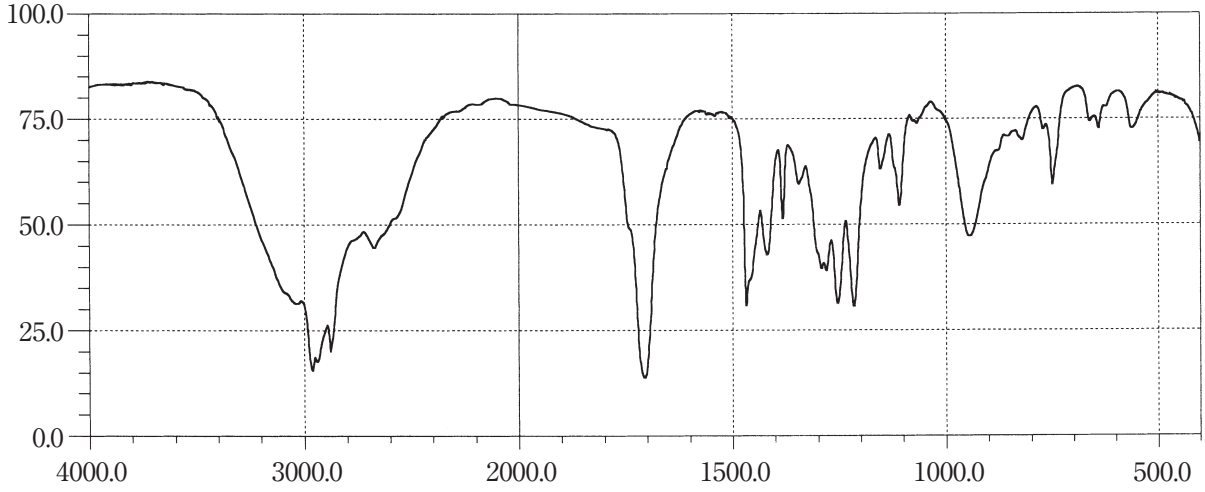
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-バリン



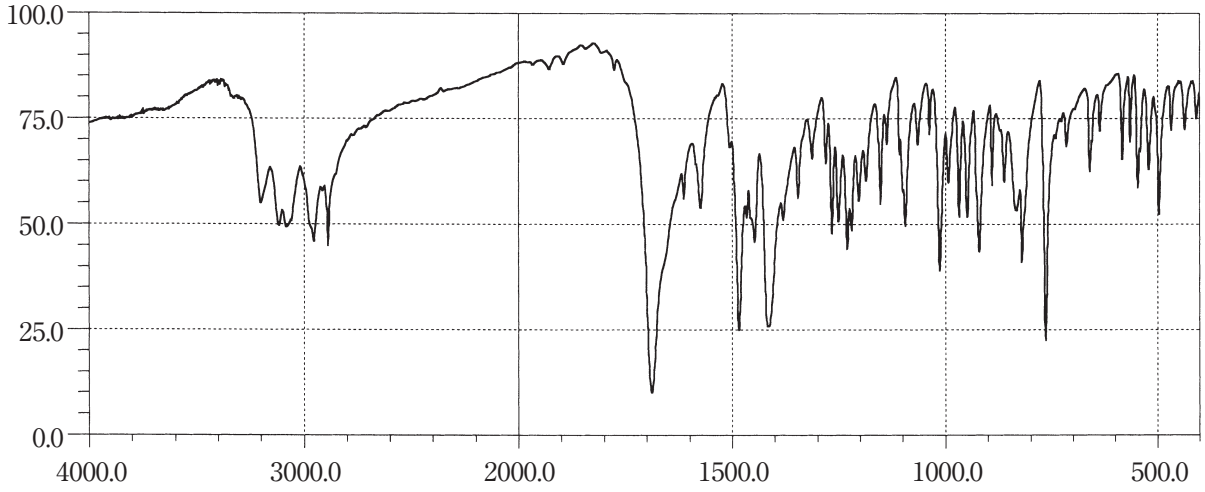
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

バルプロ酸ナトリウム



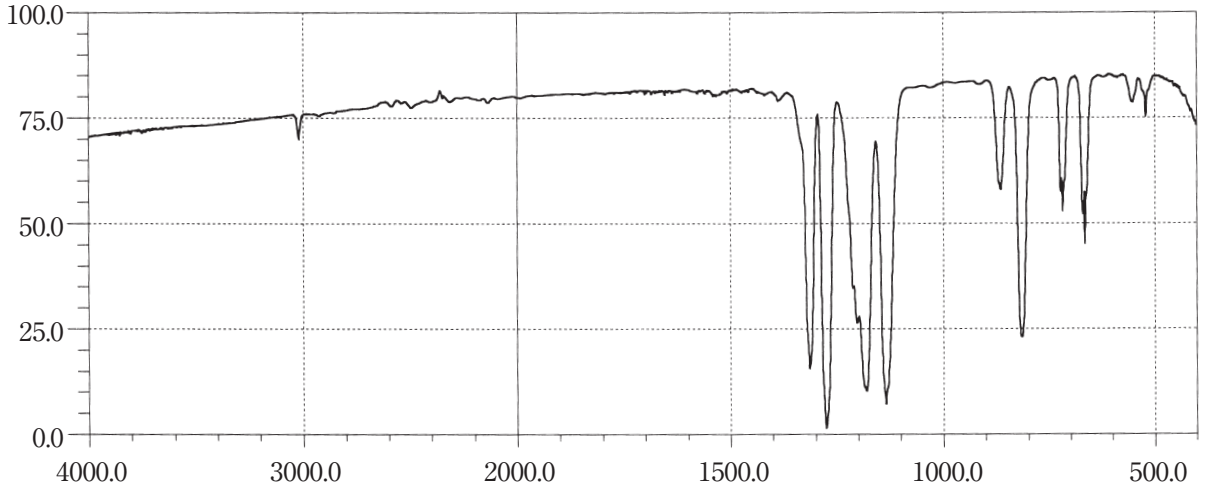
試料調製法：液膜法

ハロキサゾラム



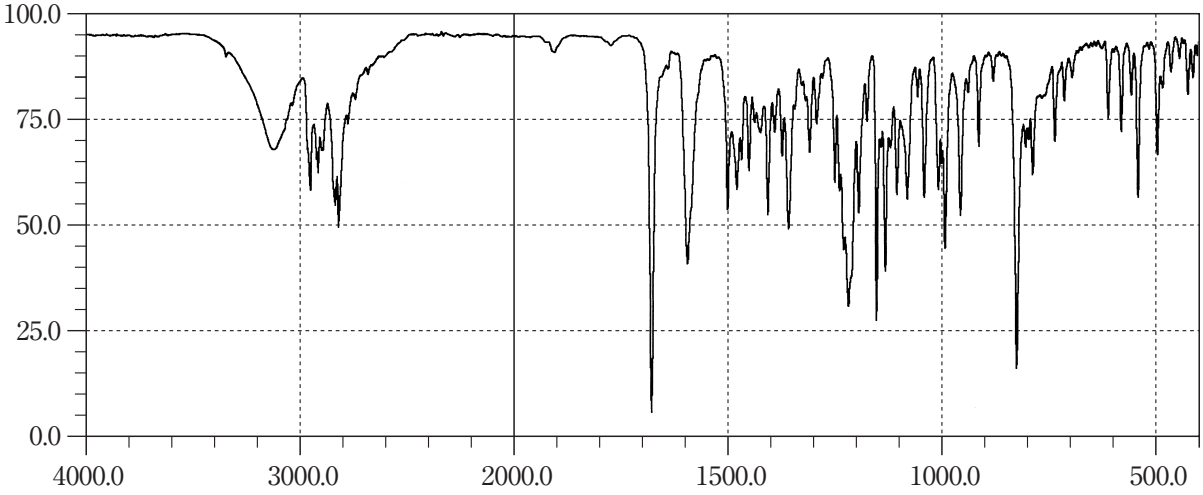
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ハロタン



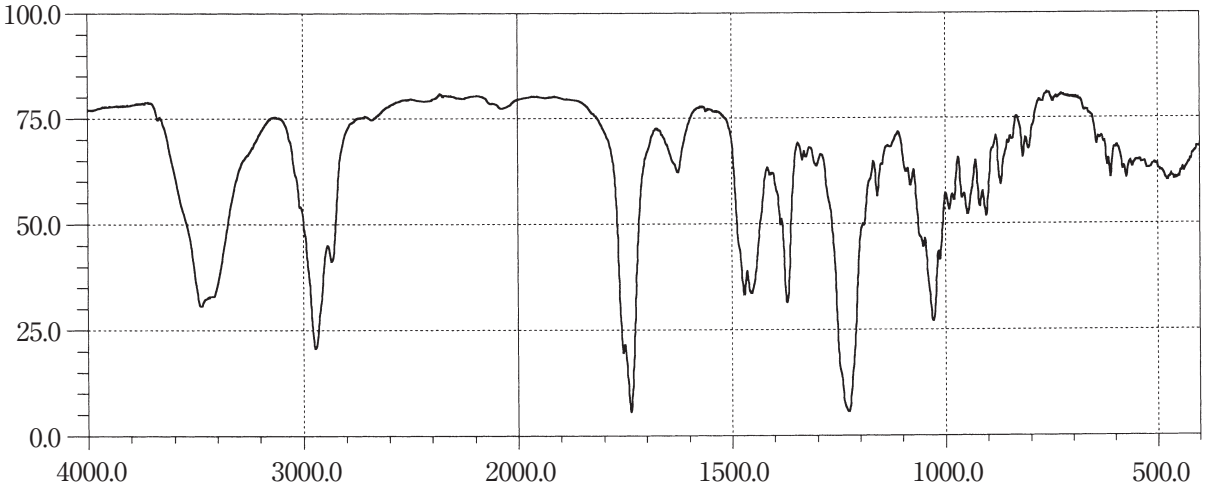
試料調製法：気体試料測定法

ハロペリドール



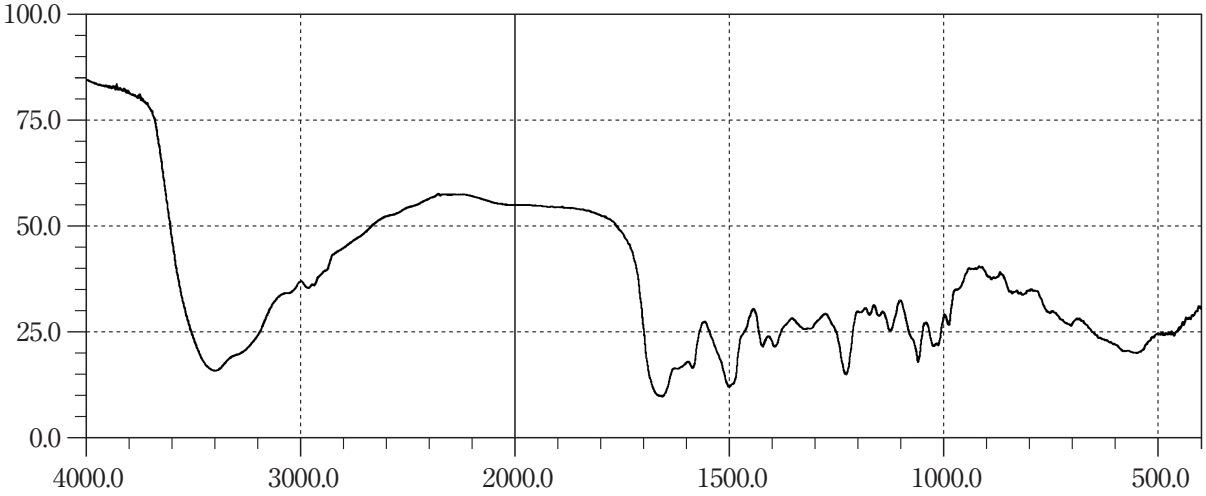
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

パンクロニウム臭化物



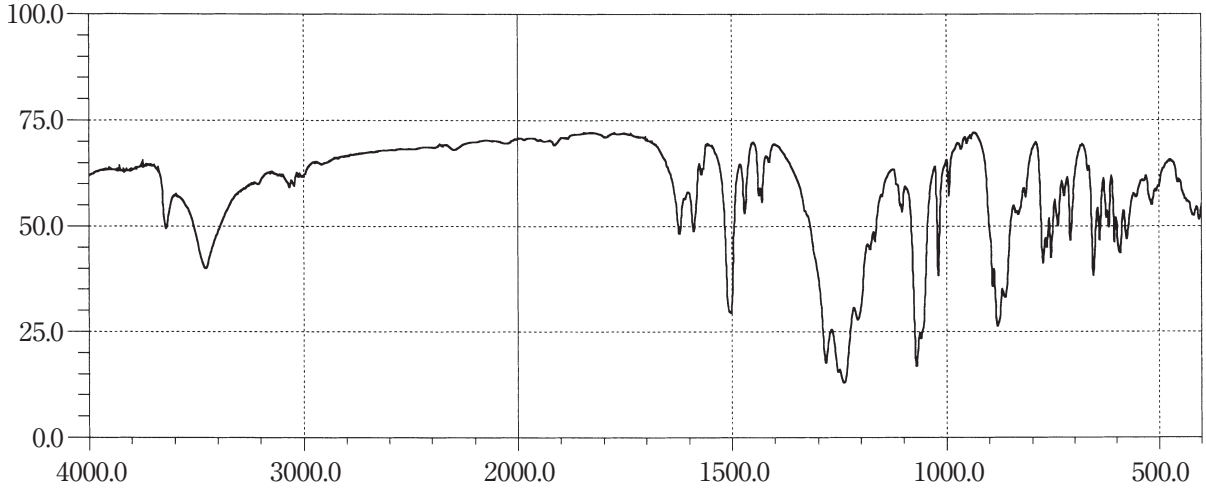
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

バンコマイシン塩酸塩



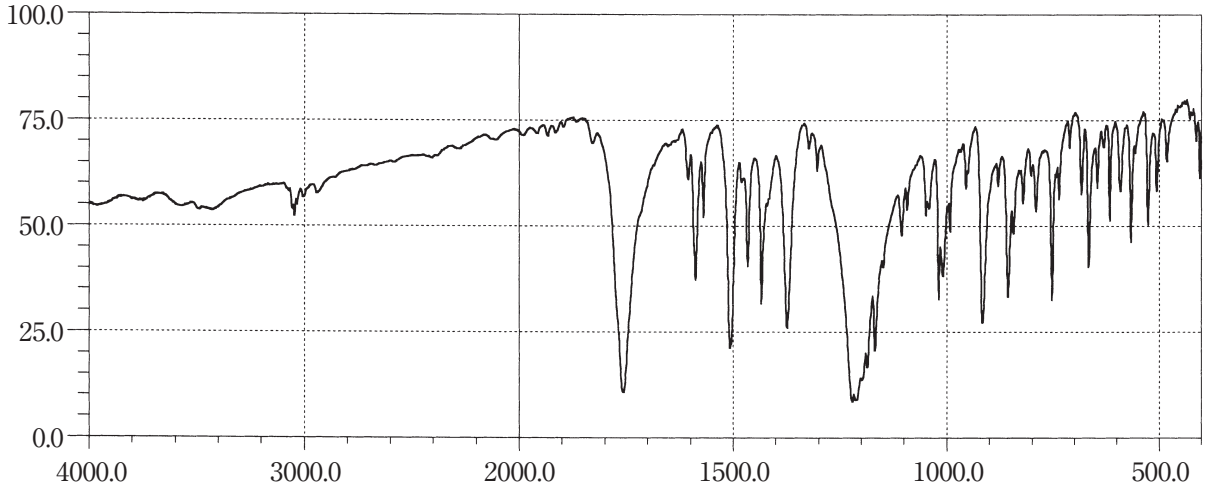
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピコスルファートナトリウム水和物



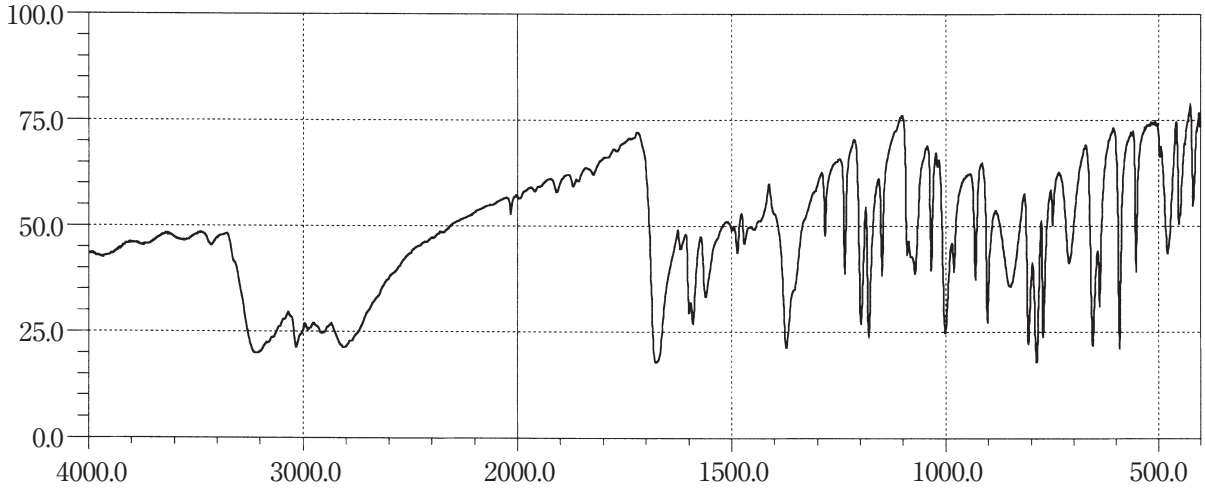
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ビサコジル



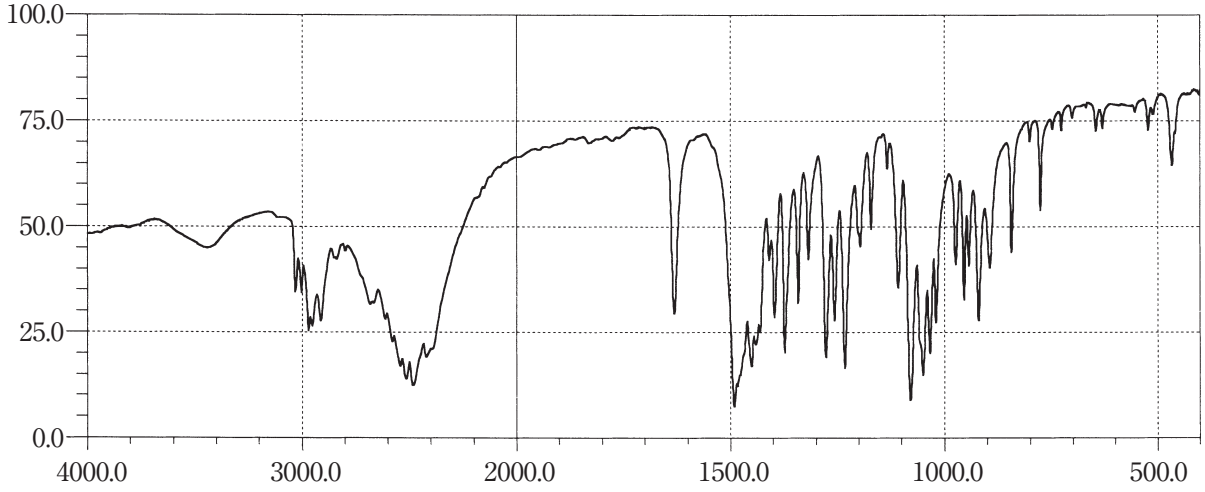
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドララジン塩酸塩



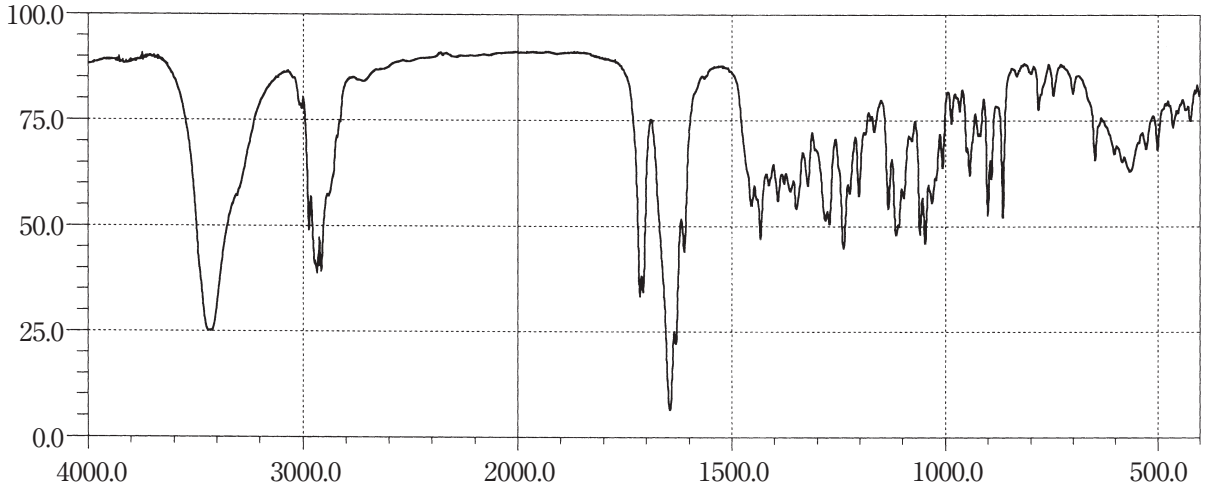
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物



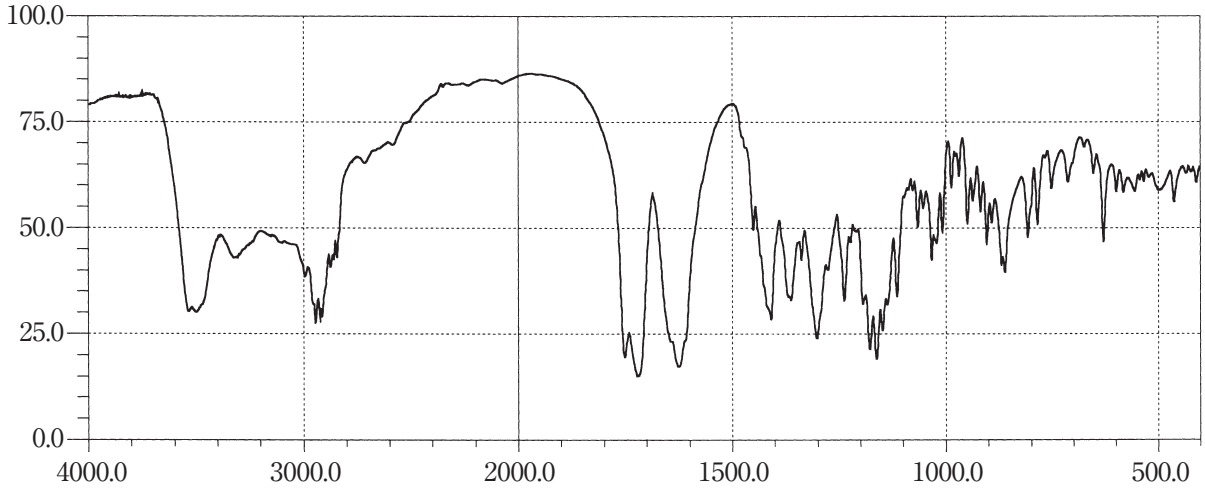
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドロコルチゾン



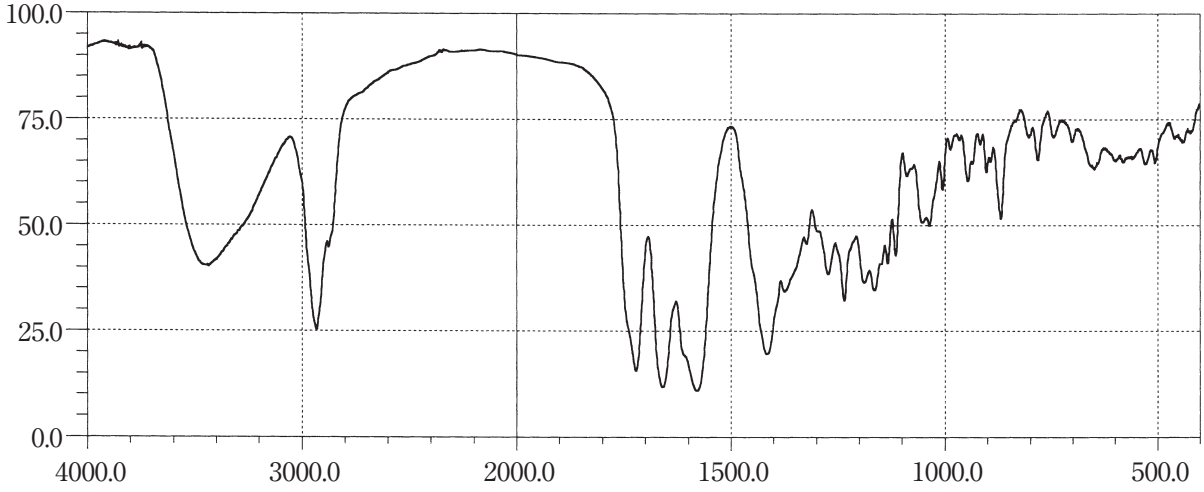
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル



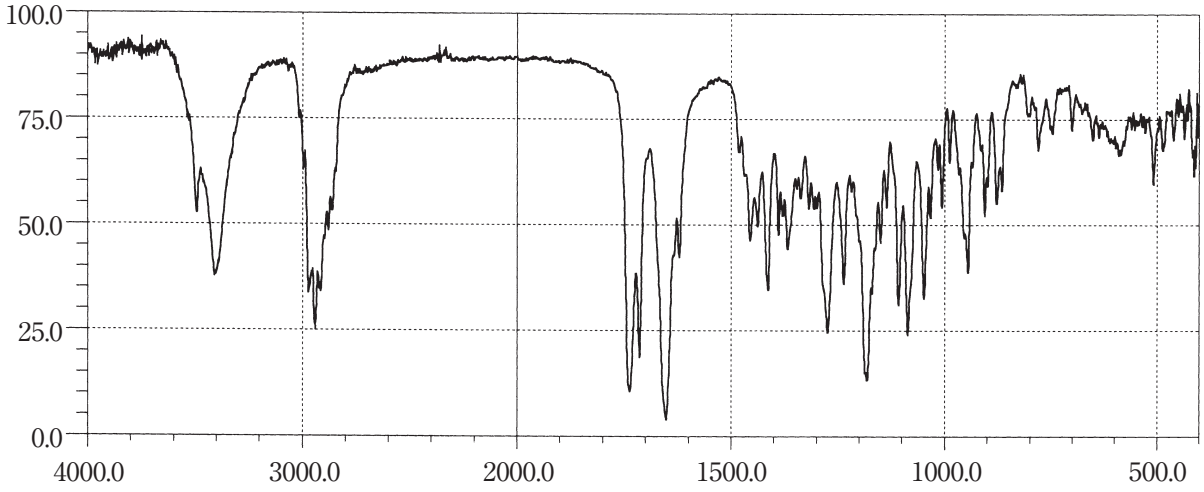
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム



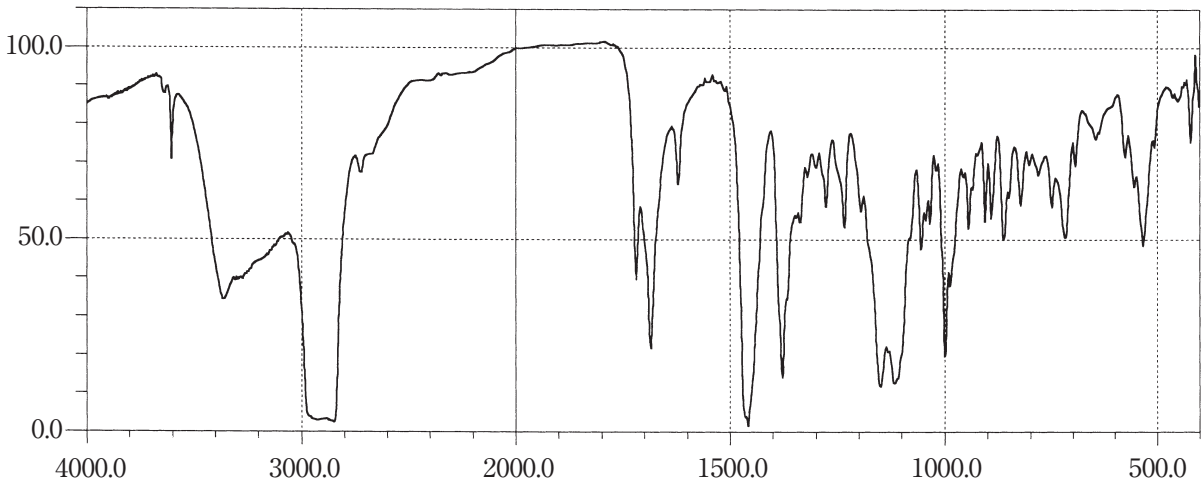
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドロコルチゾン酪酸エステル



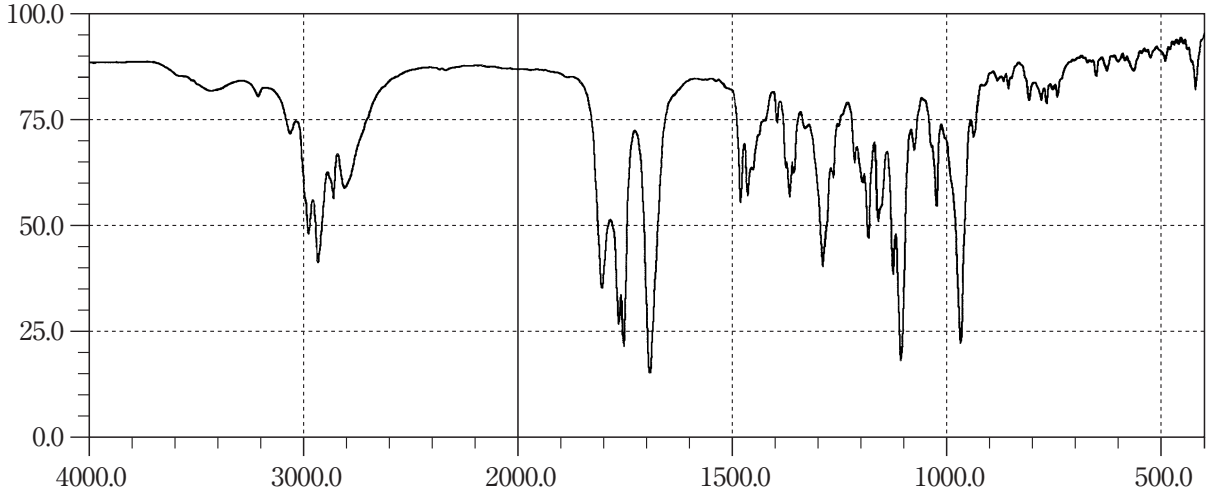
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム



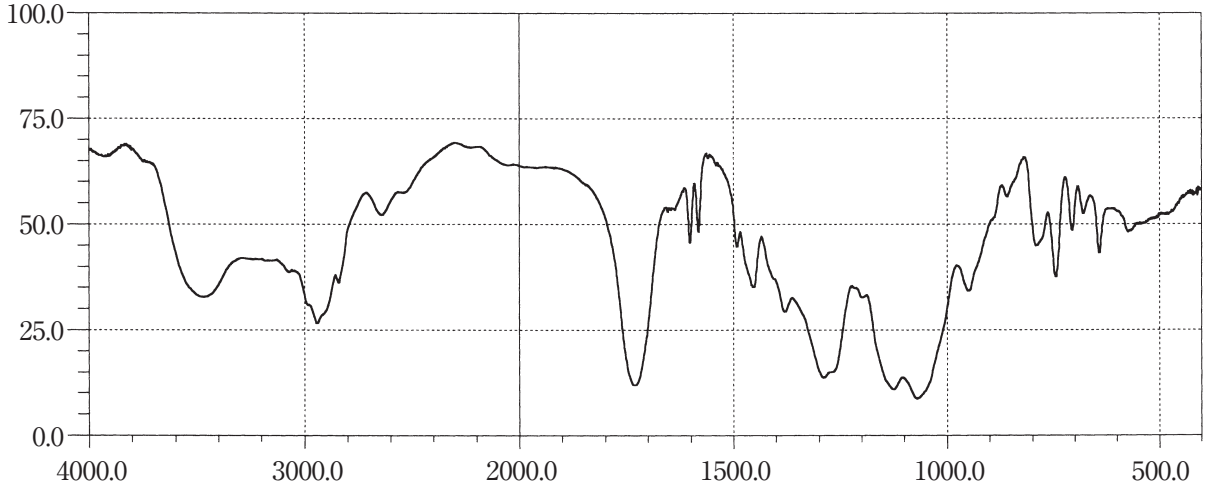
試料調製法：ペースト法

ピブメシリナム塩酸塩



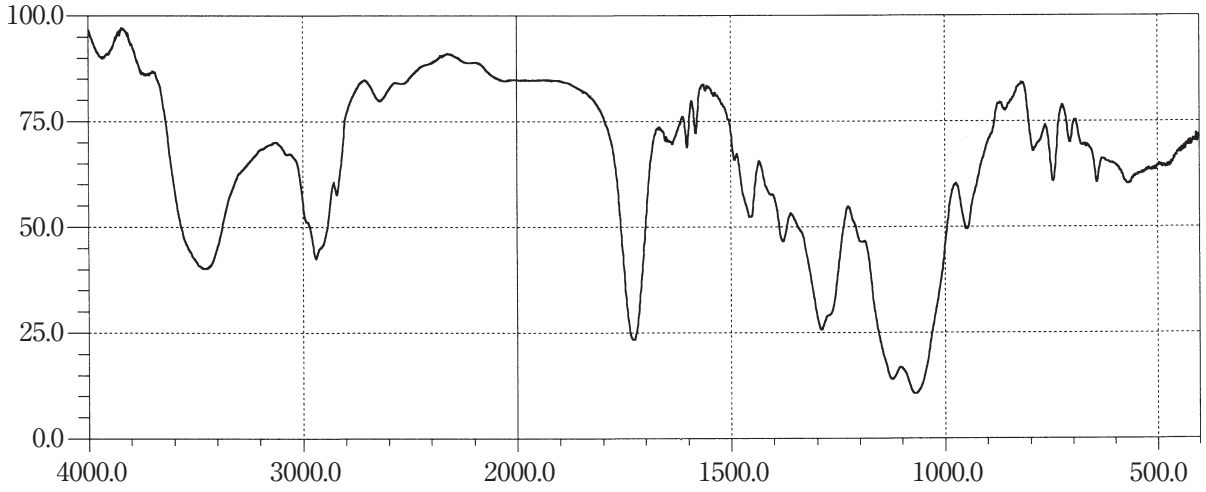
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒプロメロースフタル酸エステル　置換度タイプ　200731



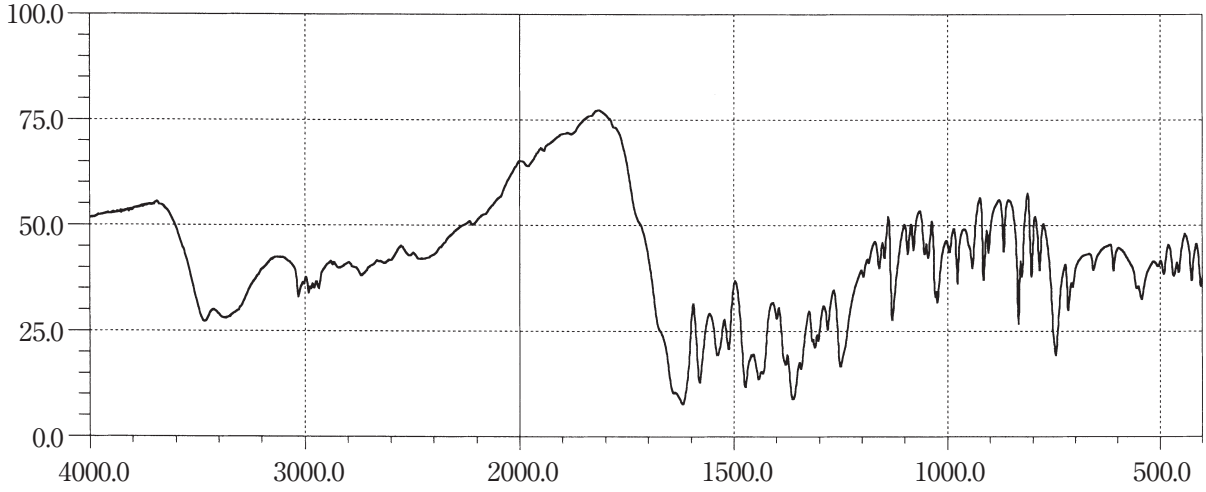
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒプロメロースフタル酸エステル　置換度タイプ　220824



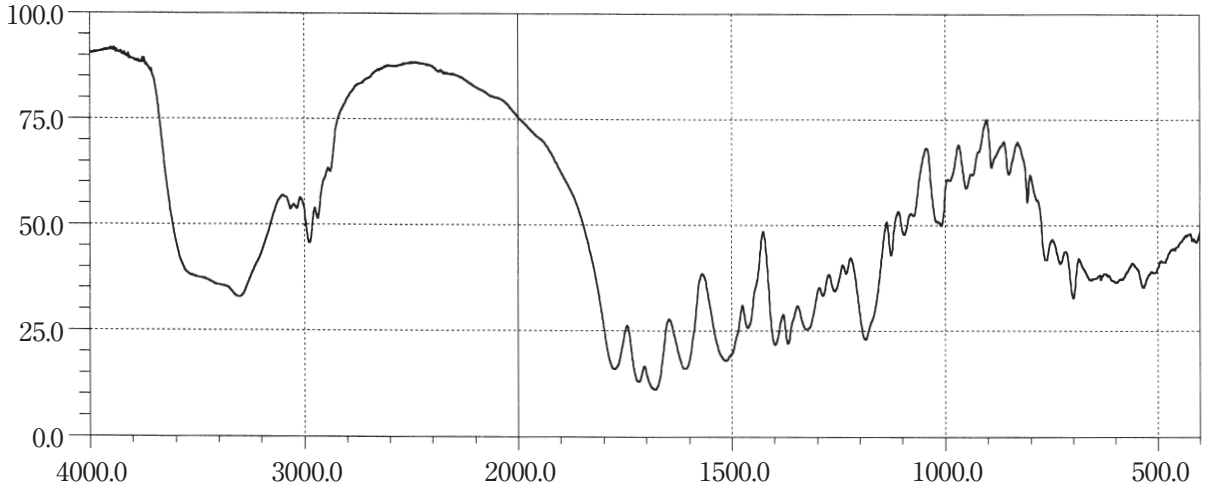
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピペミド酸水和物



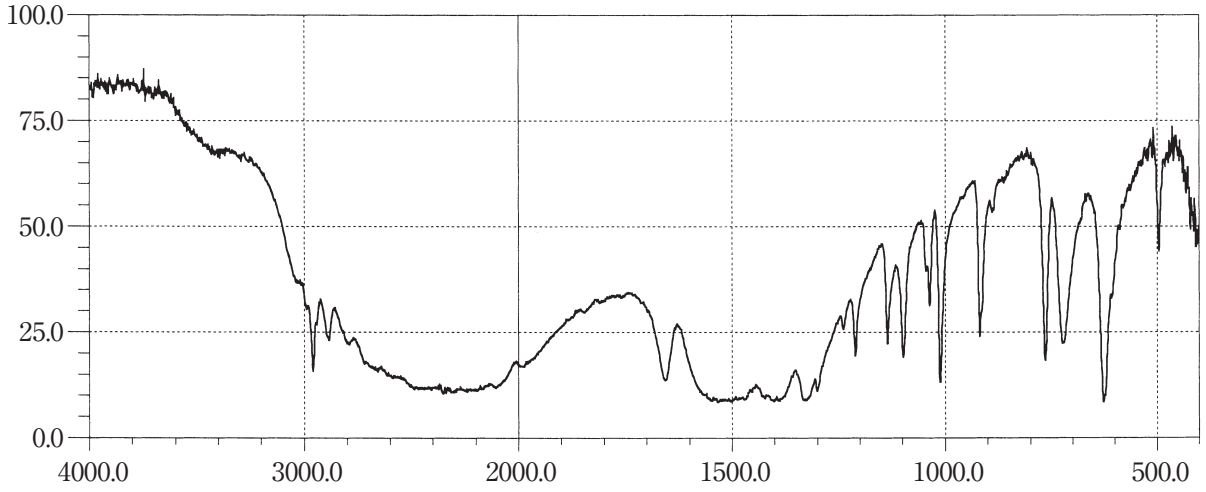
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピペラシリンナトリウム



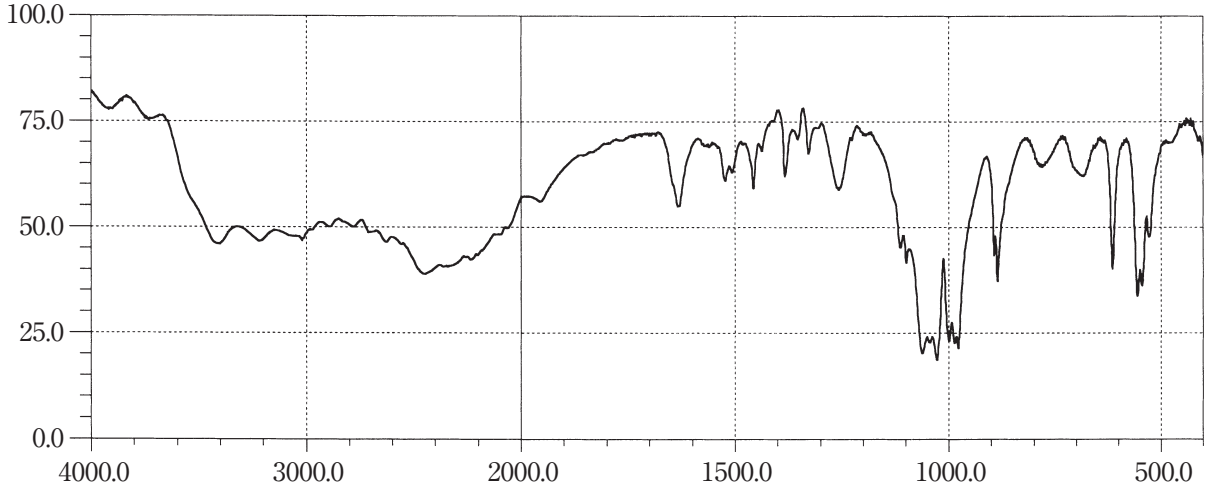
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピペラジンアジピン酸塩



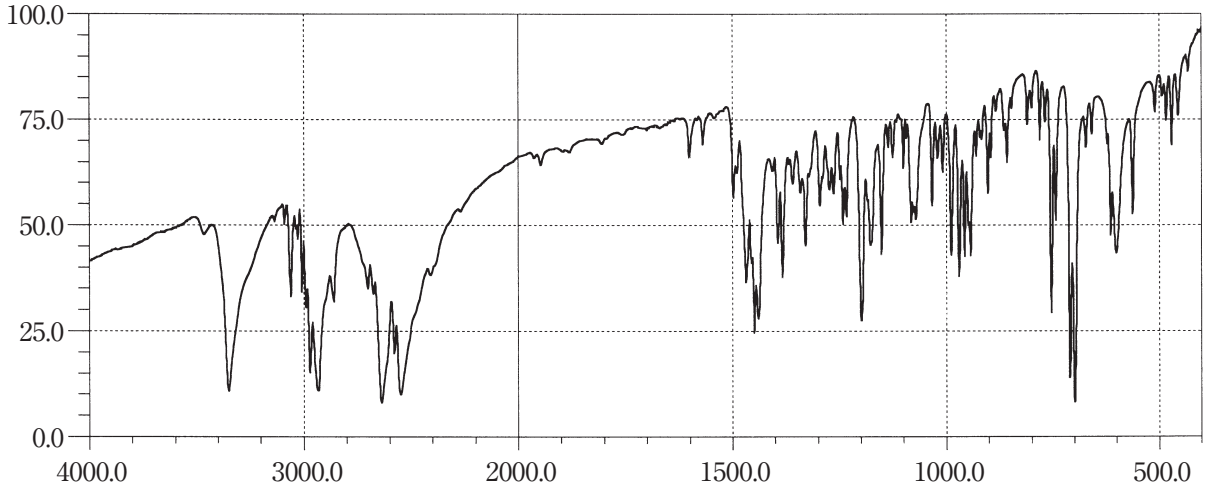
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピペラジンリン酸塩水和物



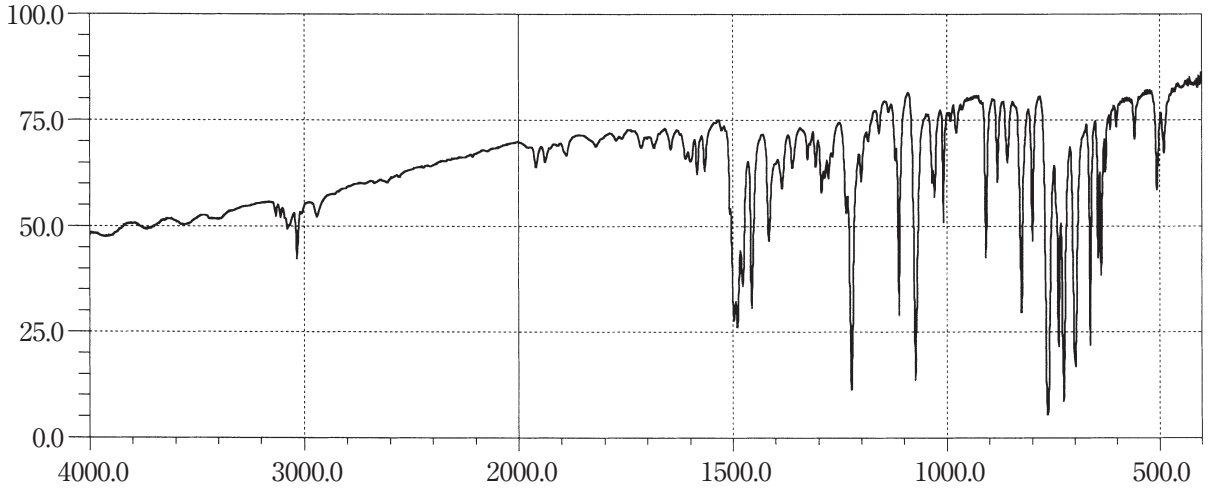
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ビペリデン塩酸塩



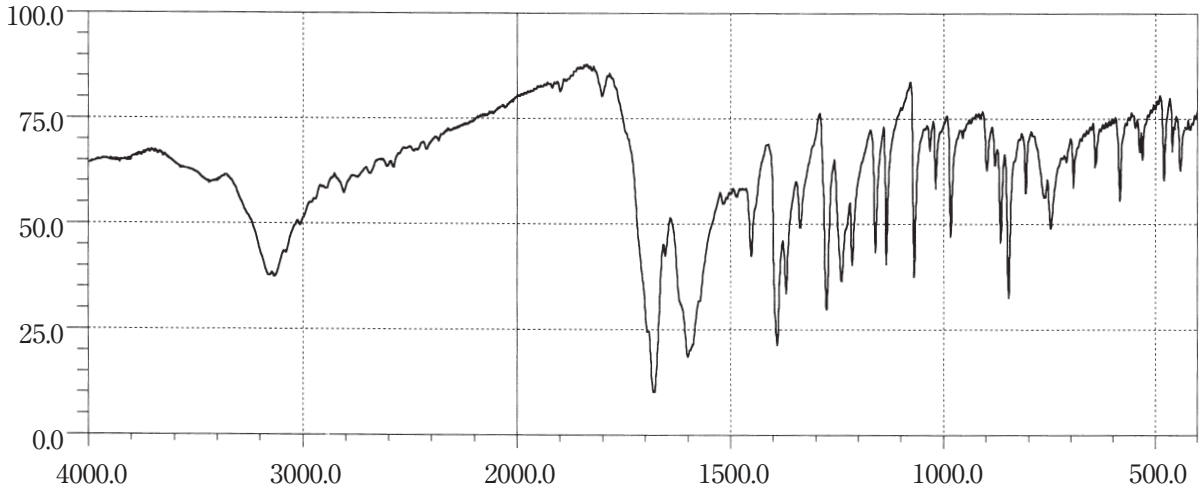
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ビホナゾール



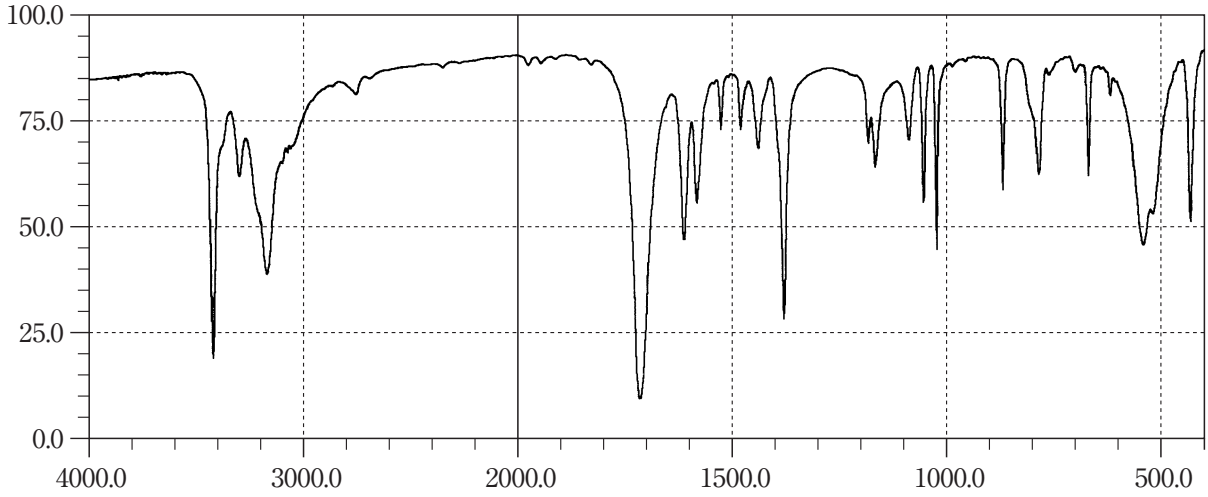
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヒメクロモン



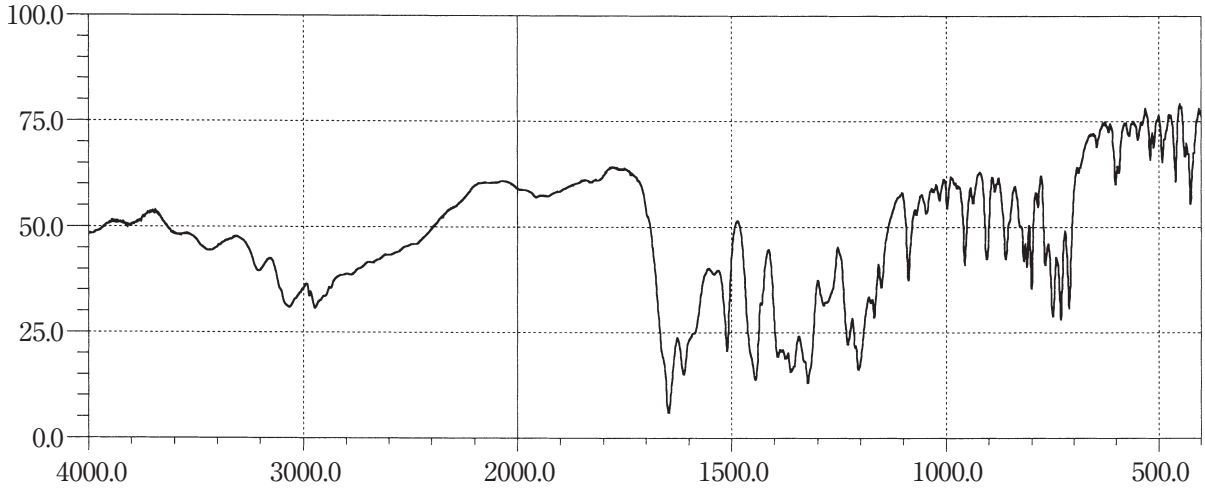
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピラジナミド



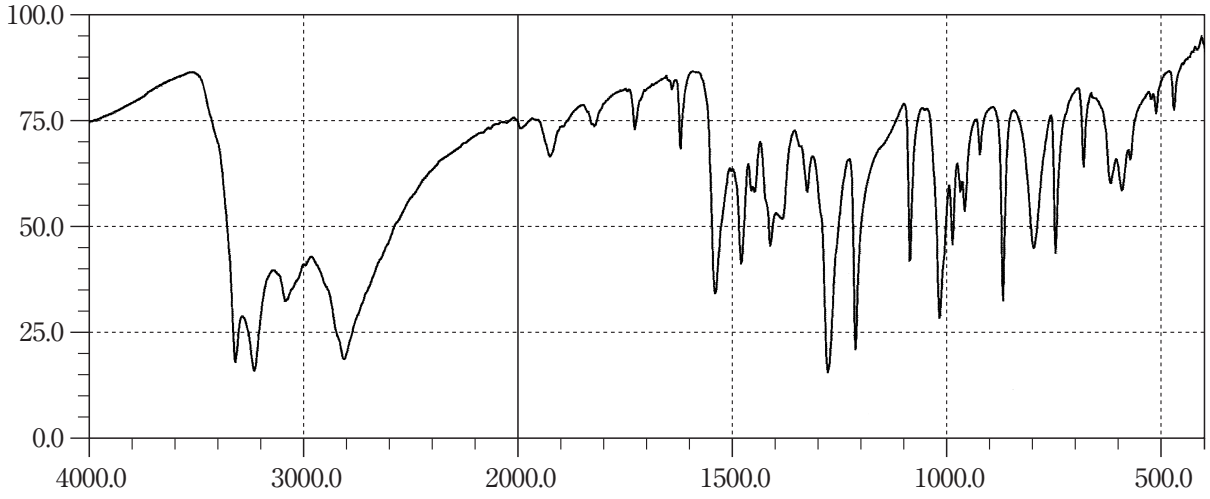
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピランテルパモ酸塩



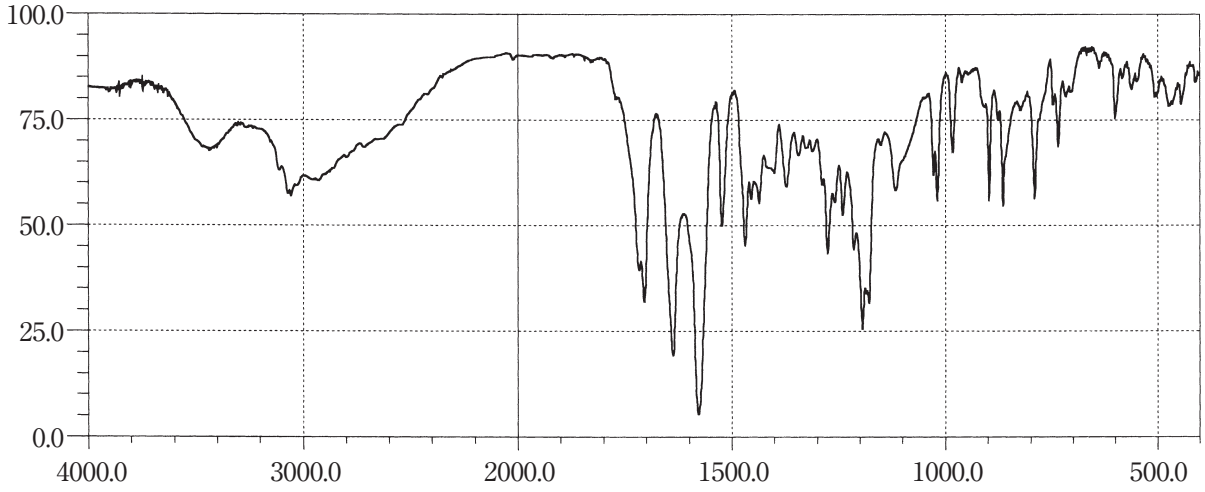
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピリドキシン塩酸塩



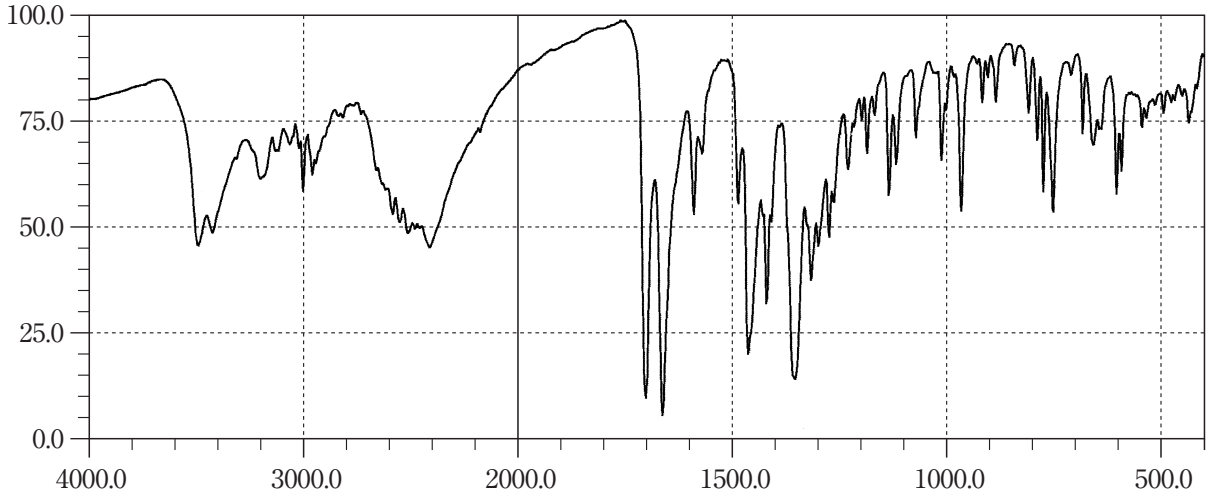
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ピレノキシン



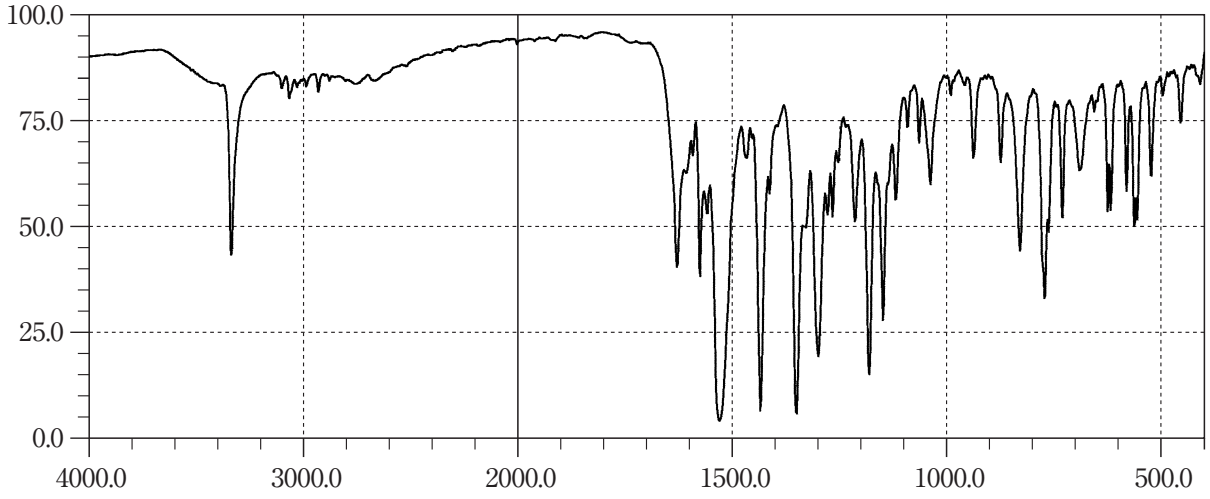
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピレンゼピン塩酸塩水和物



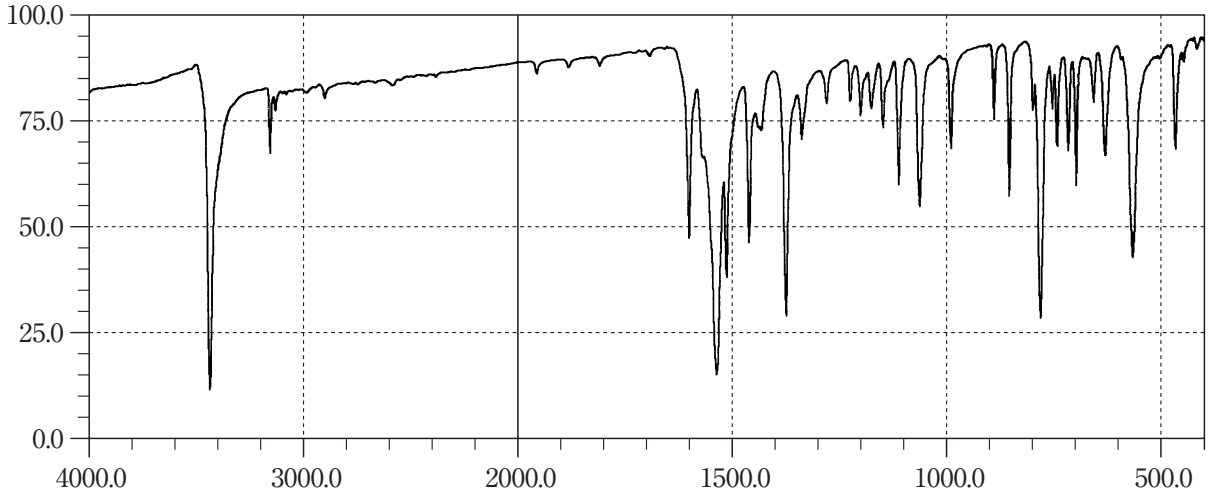
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ピロキシカム



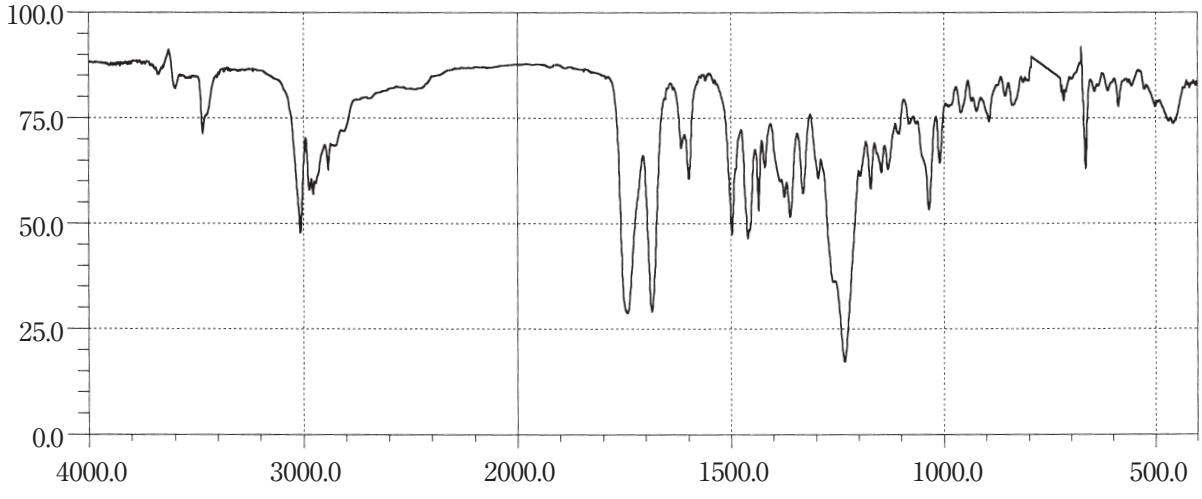
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ピロールニトリン



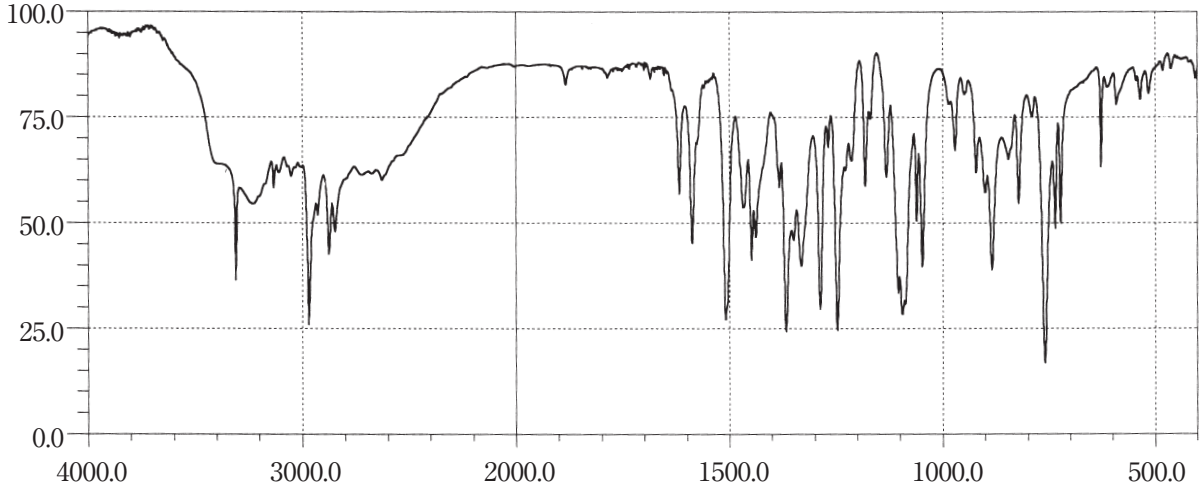
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ビンクリスチン硫酸塩



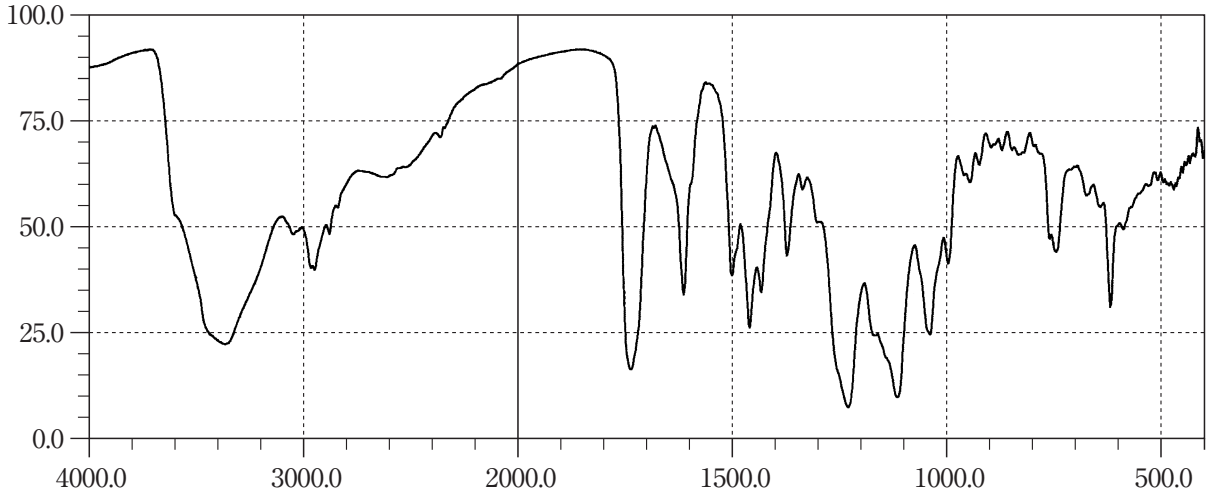
試料調製法：溶液法(クロロホルム溶液)

ピンドロール



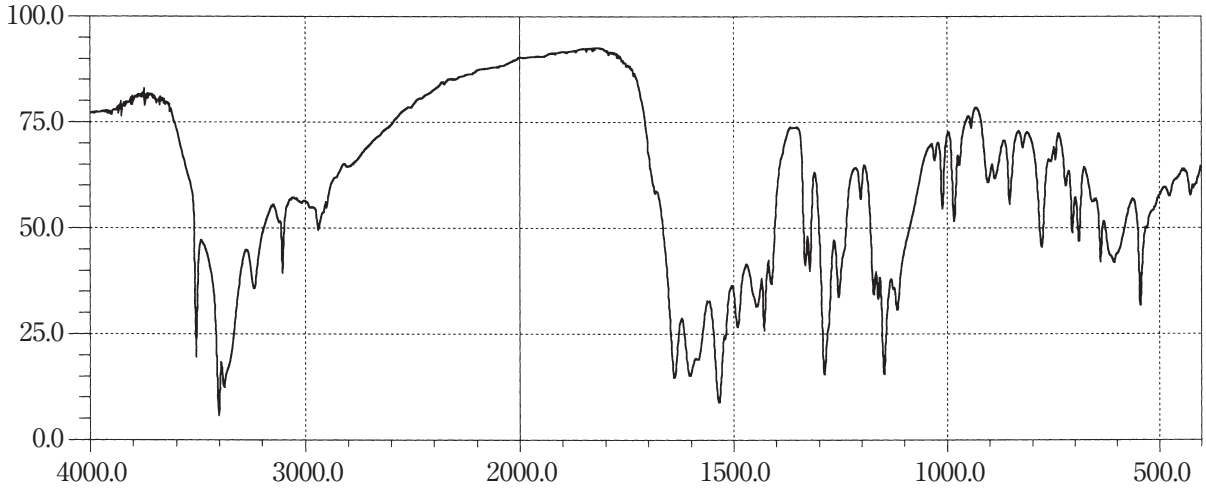
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ビンブラスチン硫酸塩



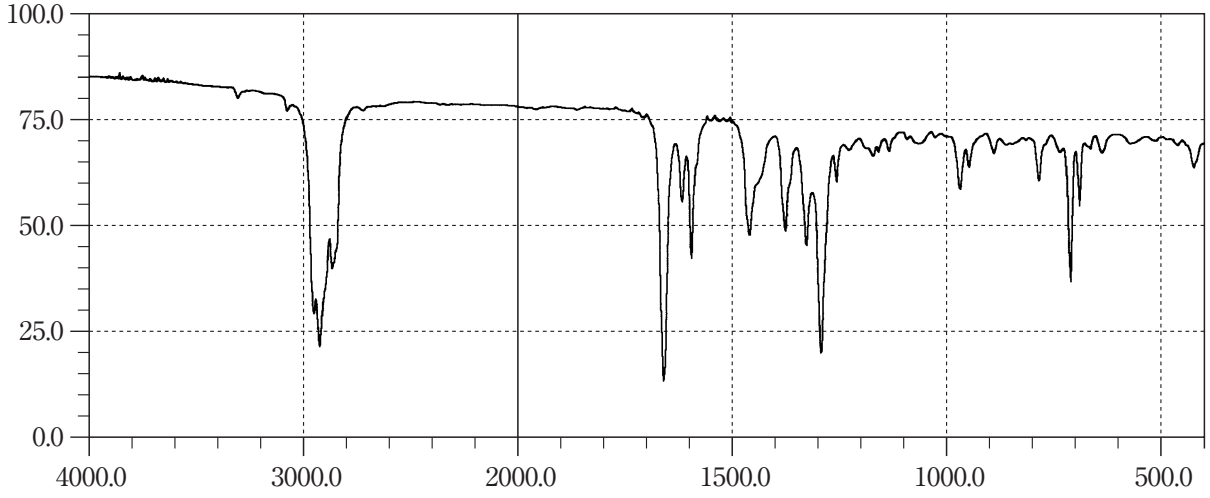
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ファモチジン



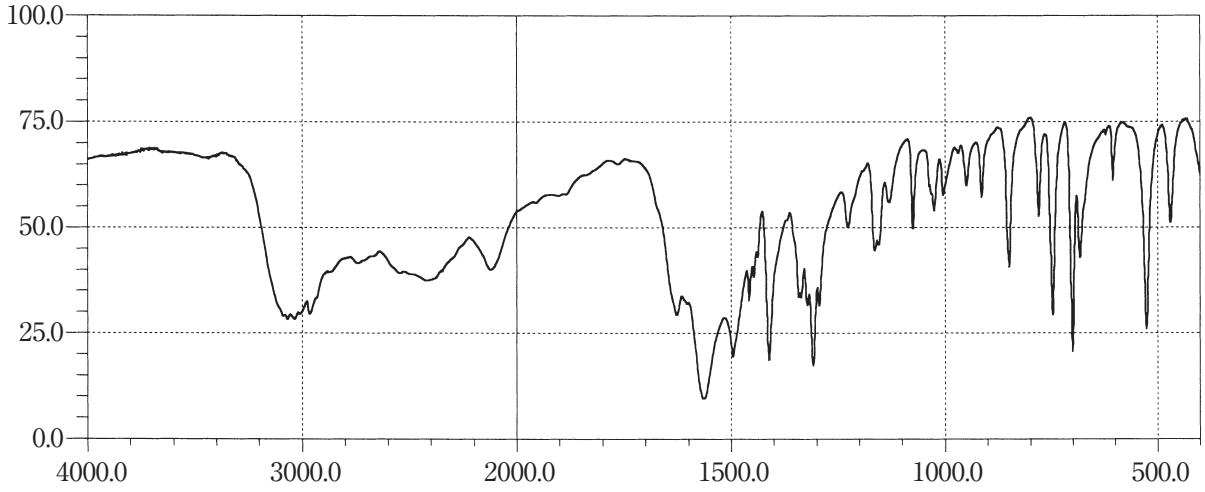
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フィトナジオン



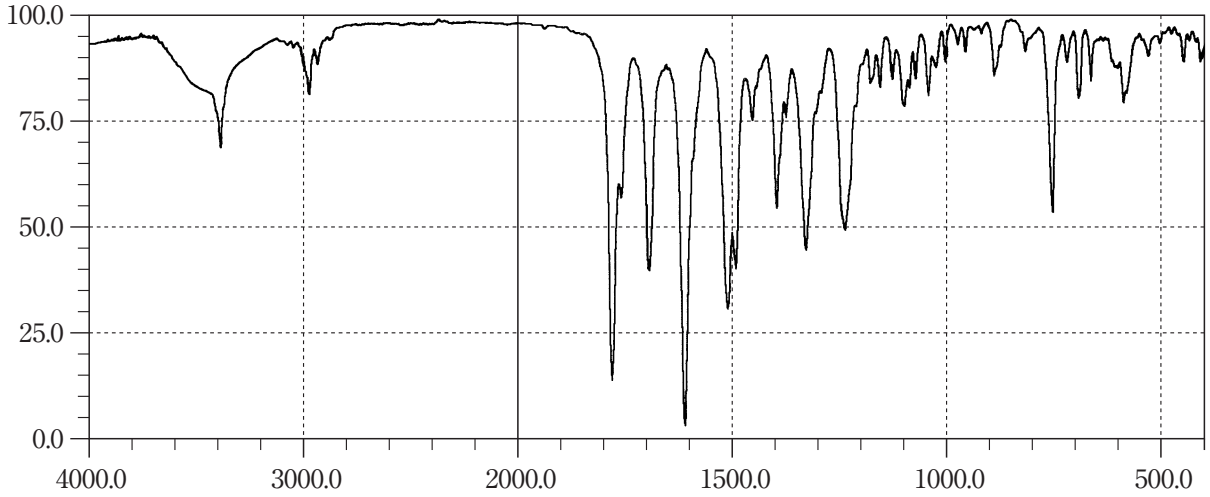
試料調製法：液膜法

L-フェニルアラニン



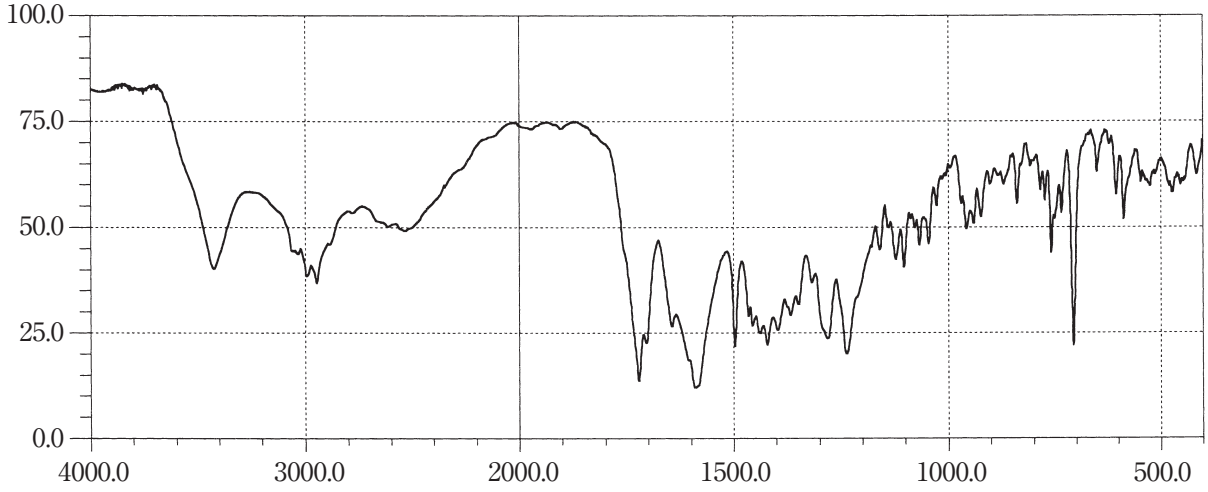
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フェネチシリンカリウム



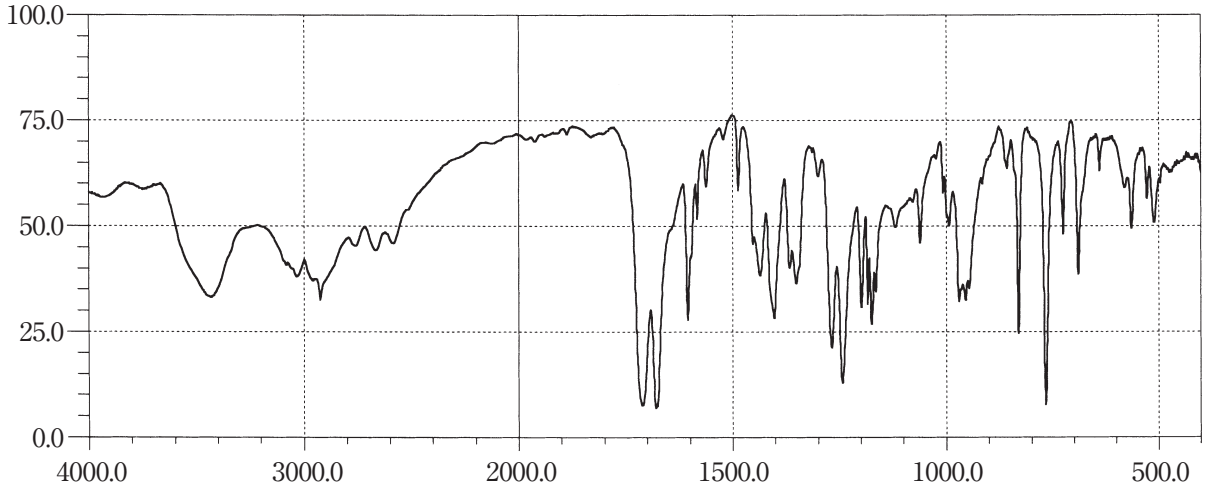
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フェンタニルクエン酸塩



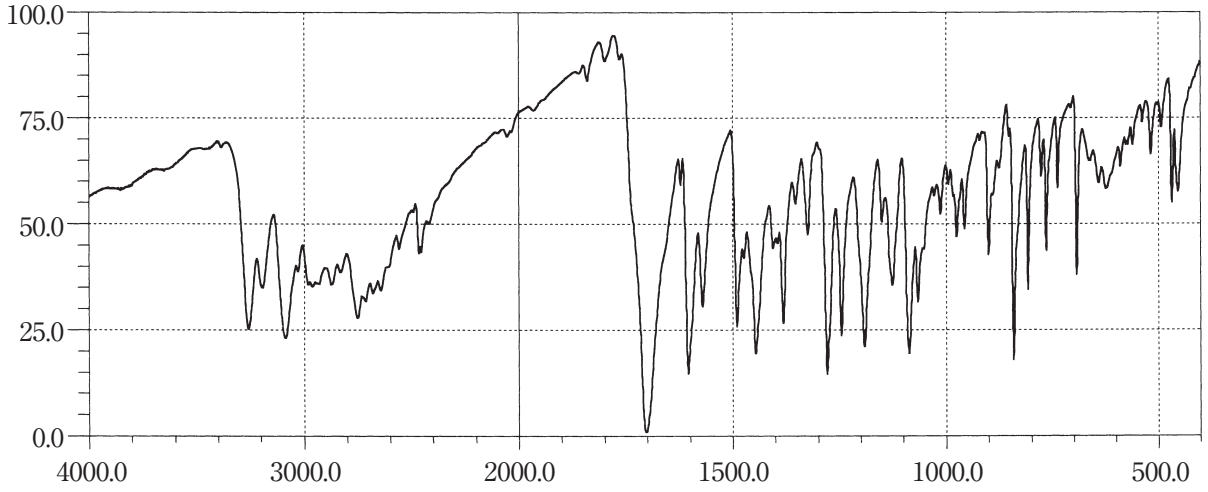
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フェンブフェン



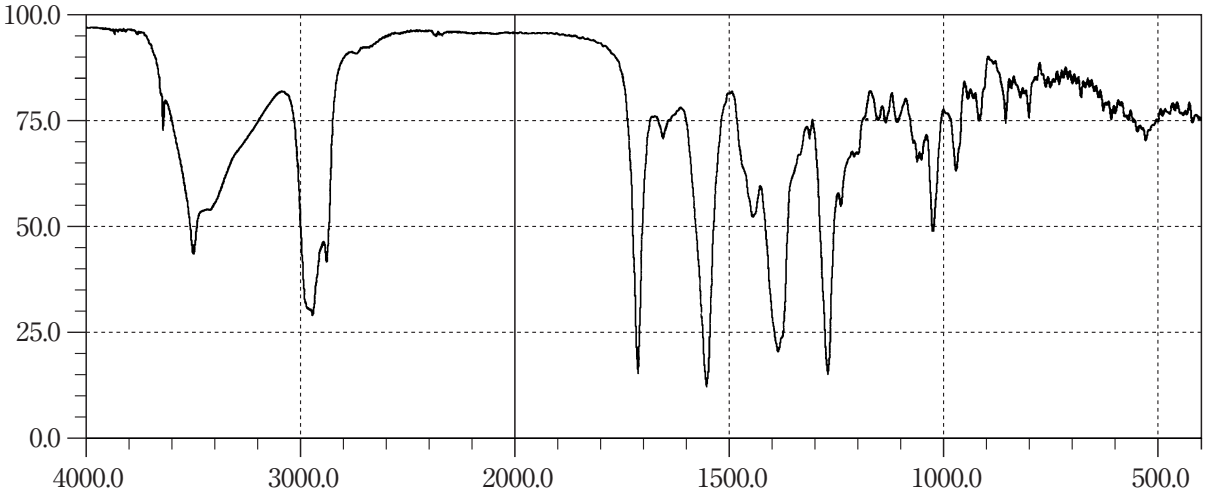
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブクモロール塩酸塩



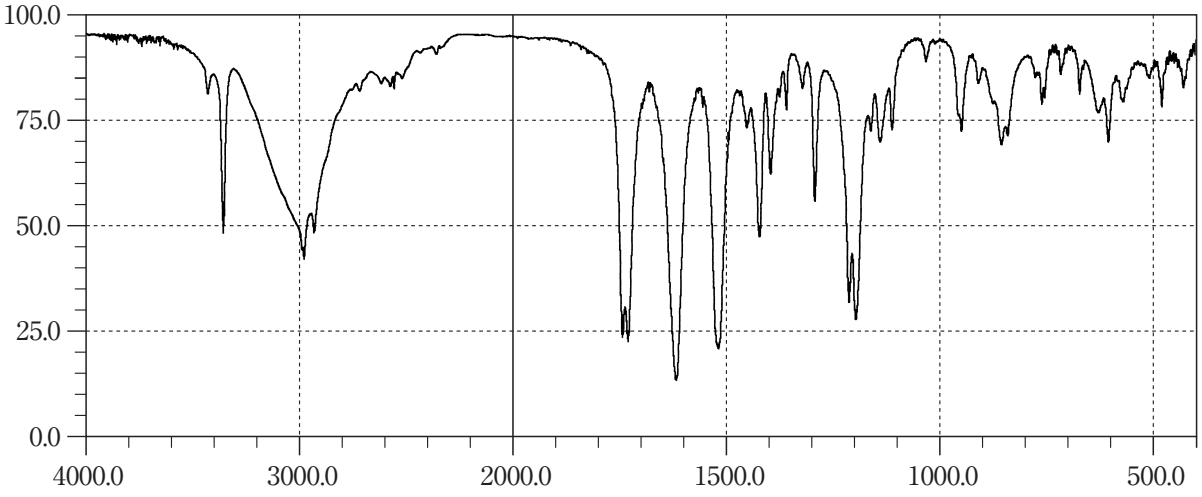
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

フシジン酸ナトリウム



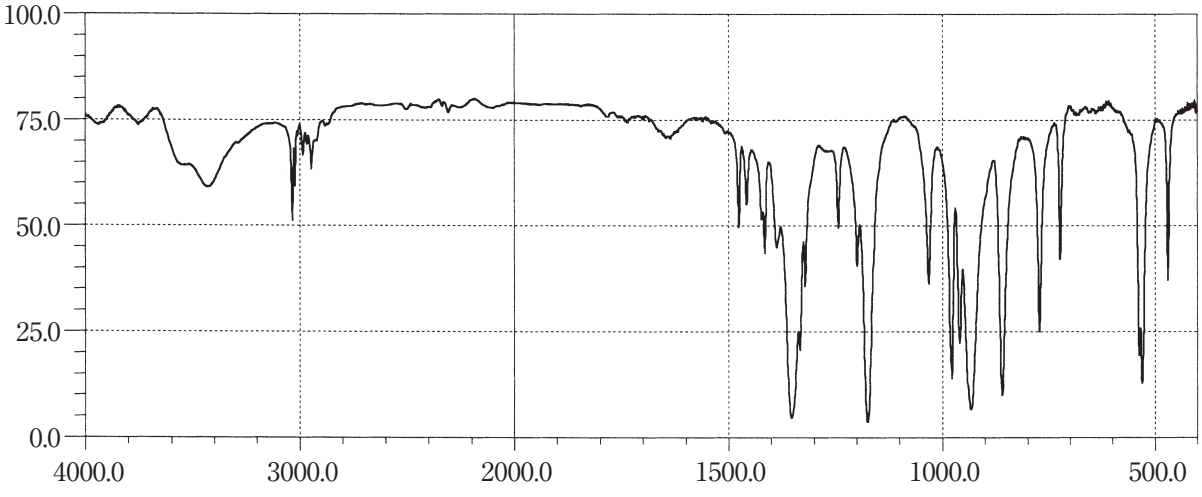
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブシラミン



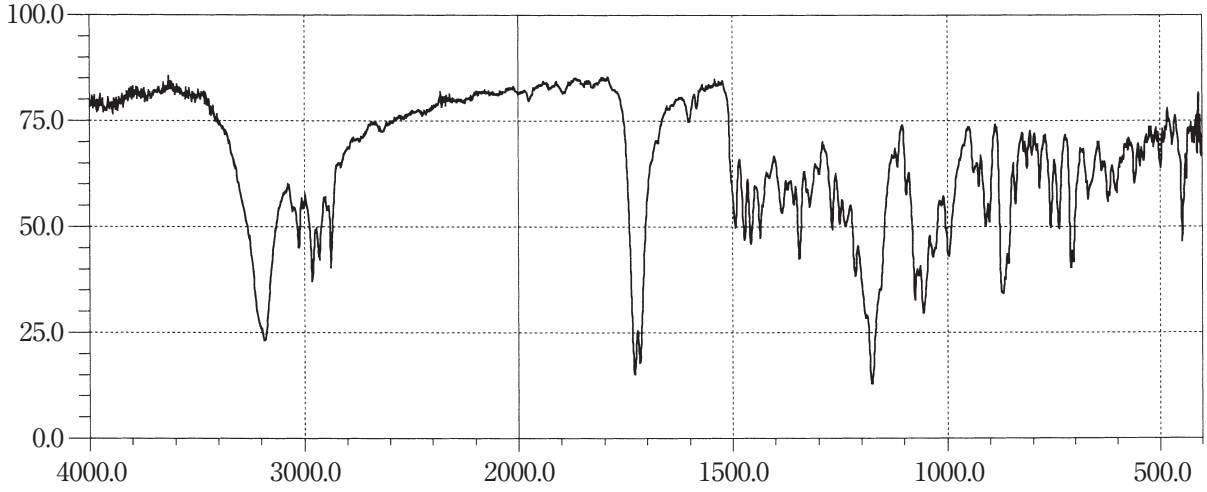
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブスルファン



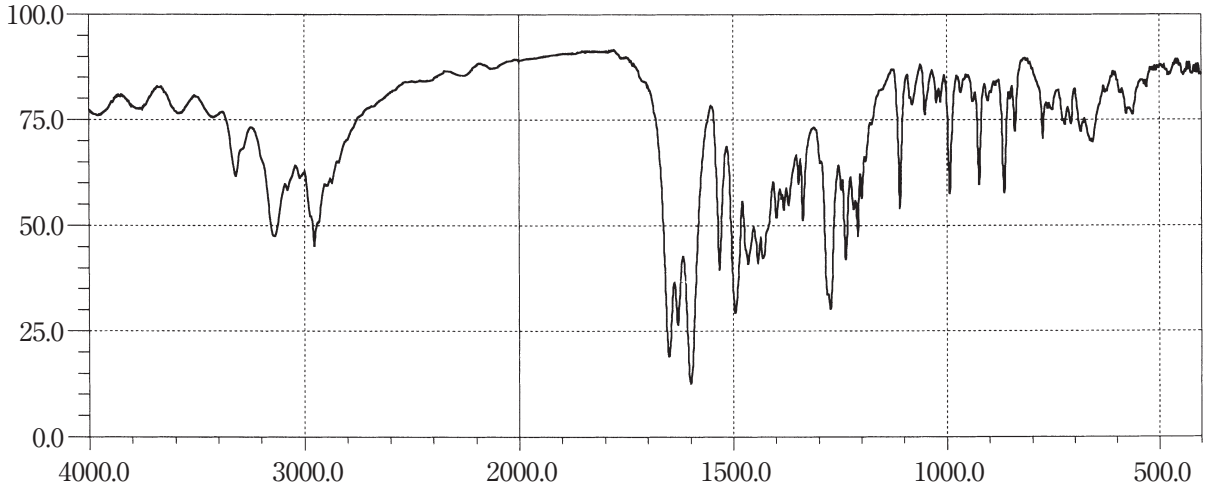
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブチルスコポラミン臭化物



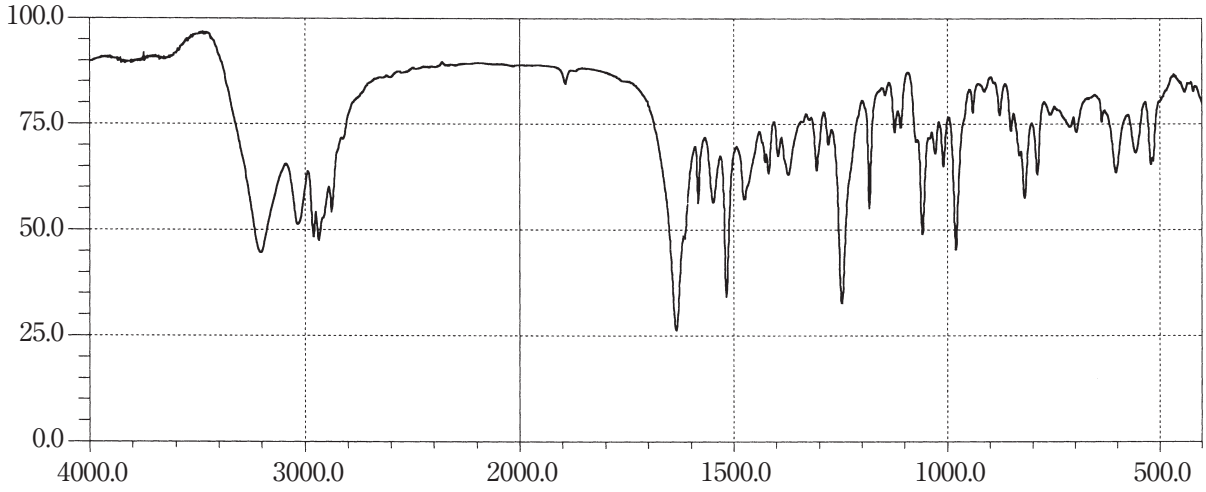
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブナゾシン塩酸塩



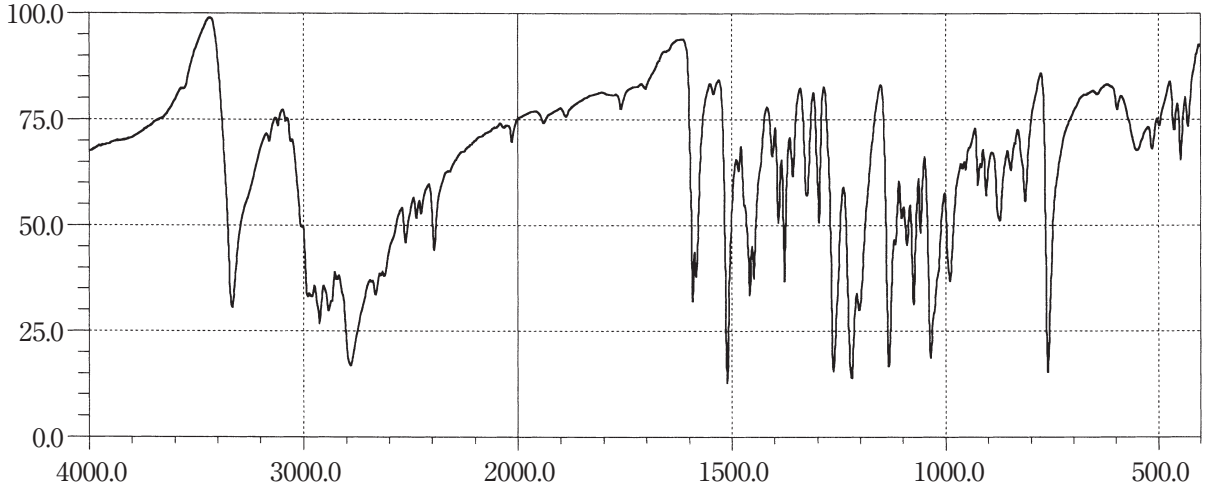
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブフェキサマク



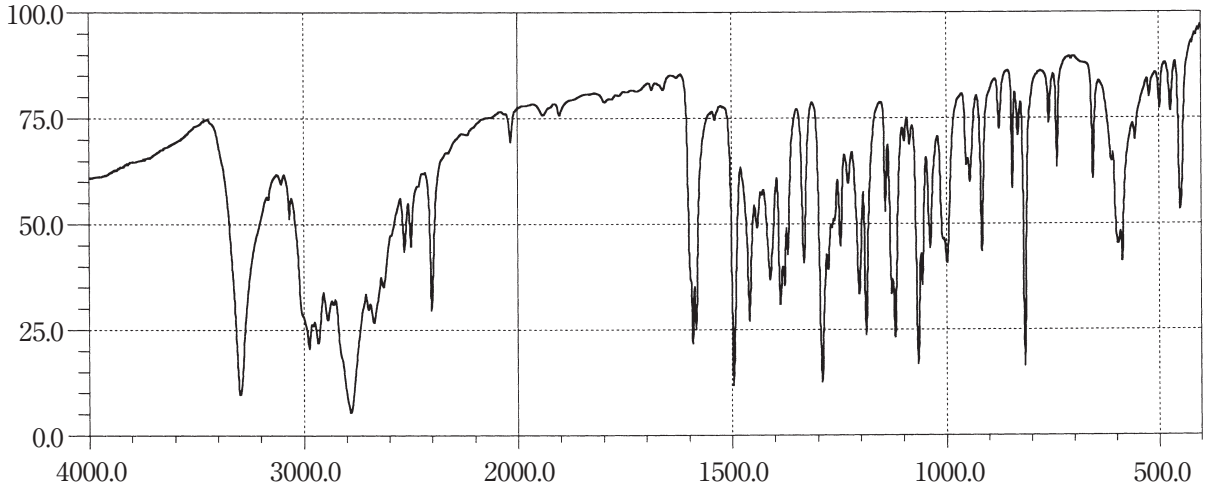
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブフェトロール塩酸塩



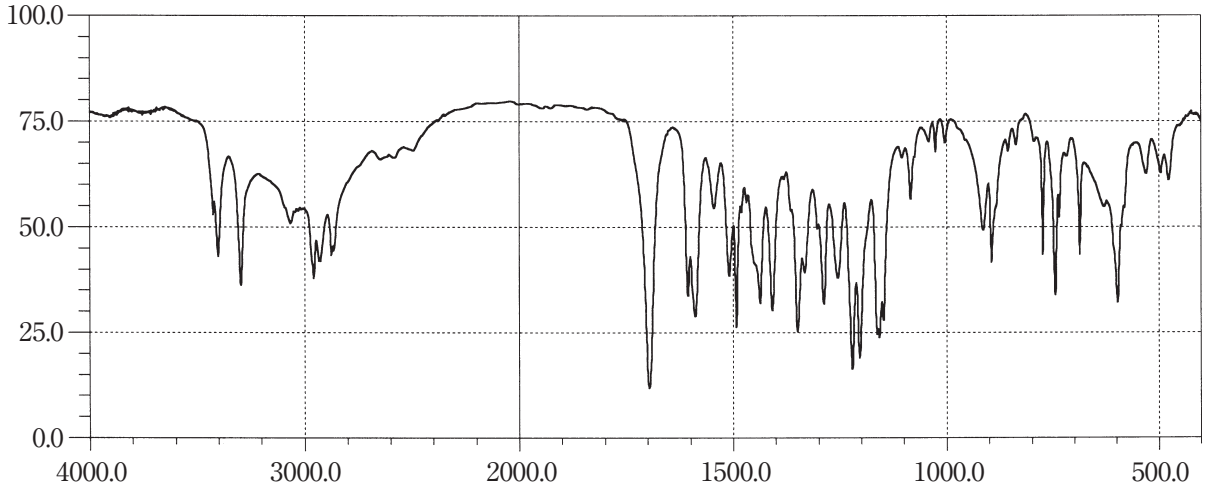
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ブプラノロール塩酸塩



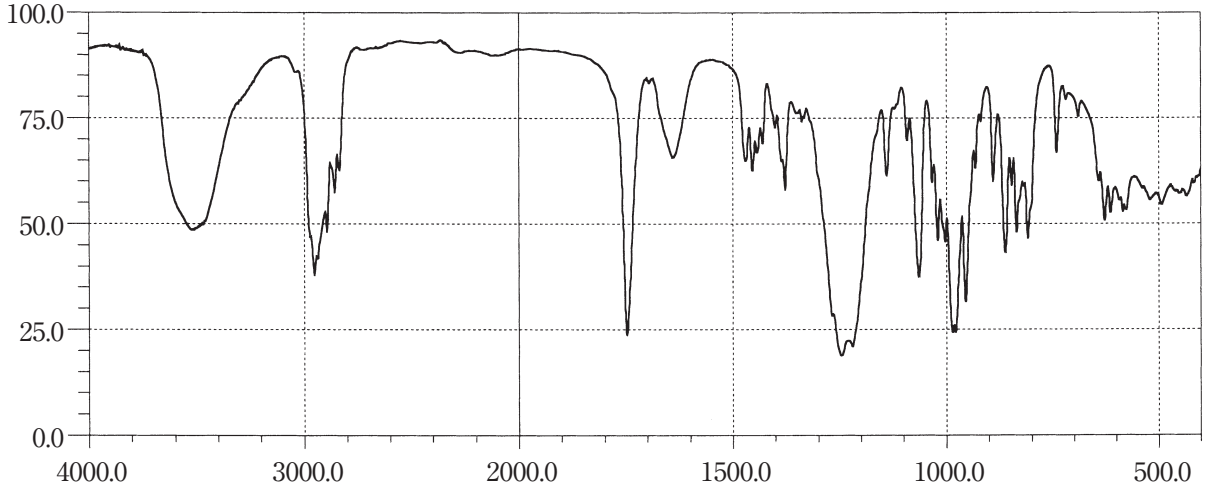
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ブメタニド



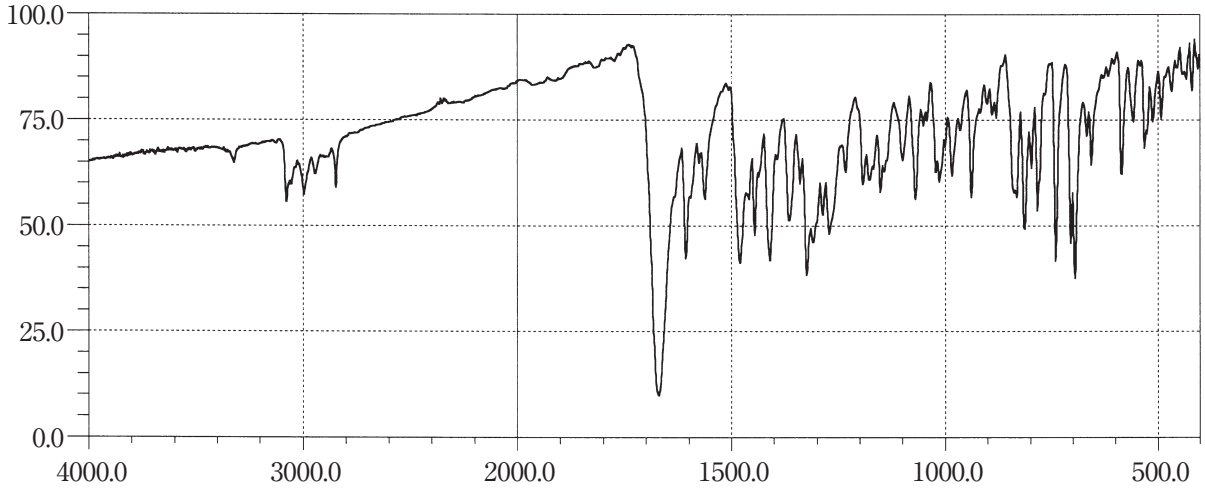
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物



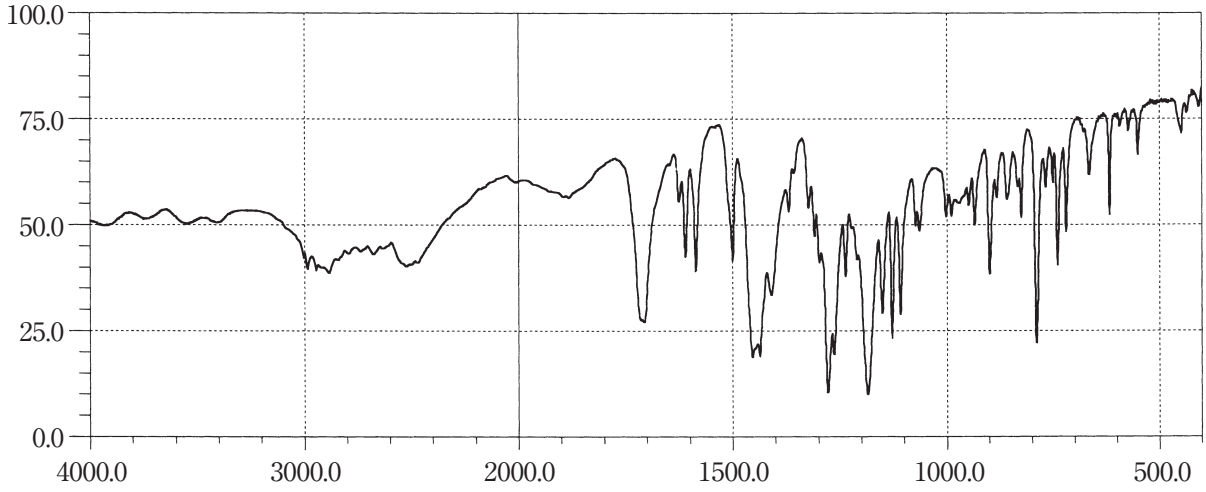
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プラゼパム



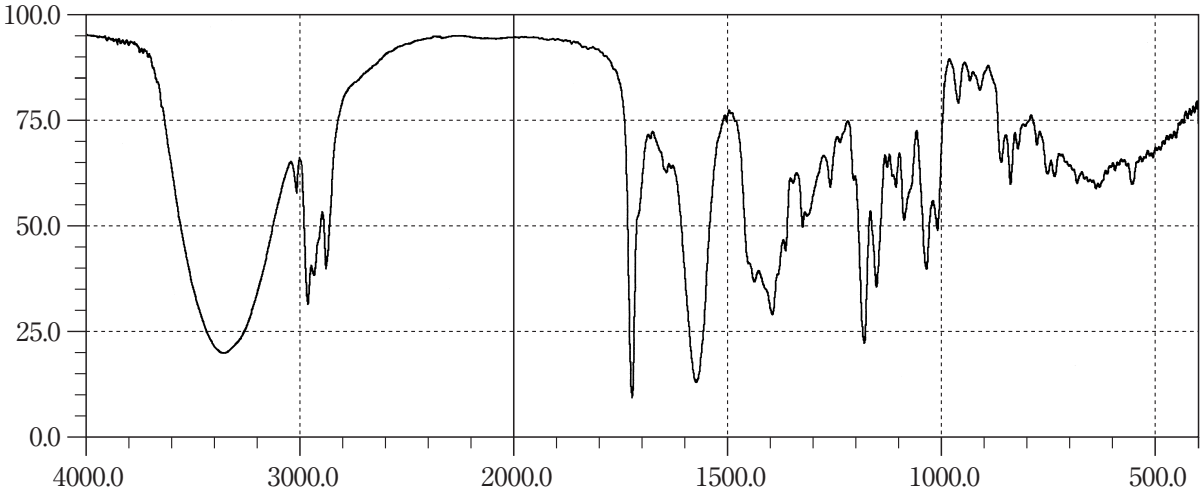
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プラノプロフェン



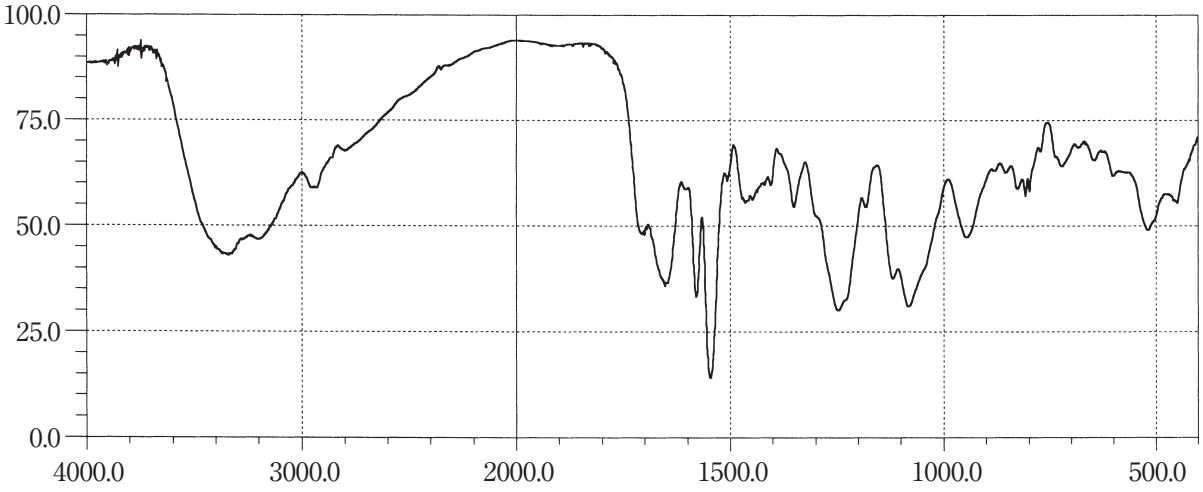
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プラバスタチンナトリウム



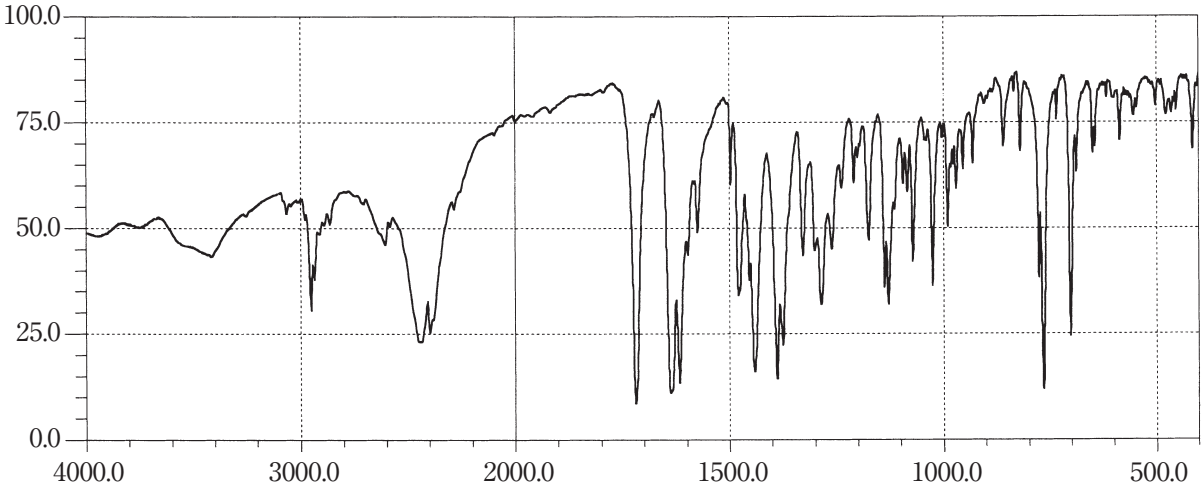
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム



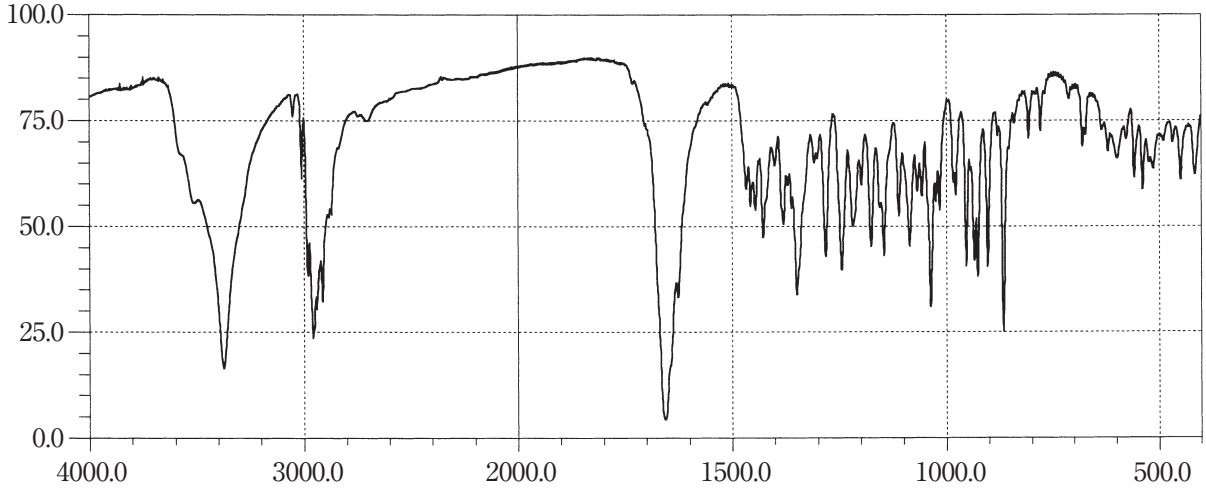
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フラボキサート塩酸塩



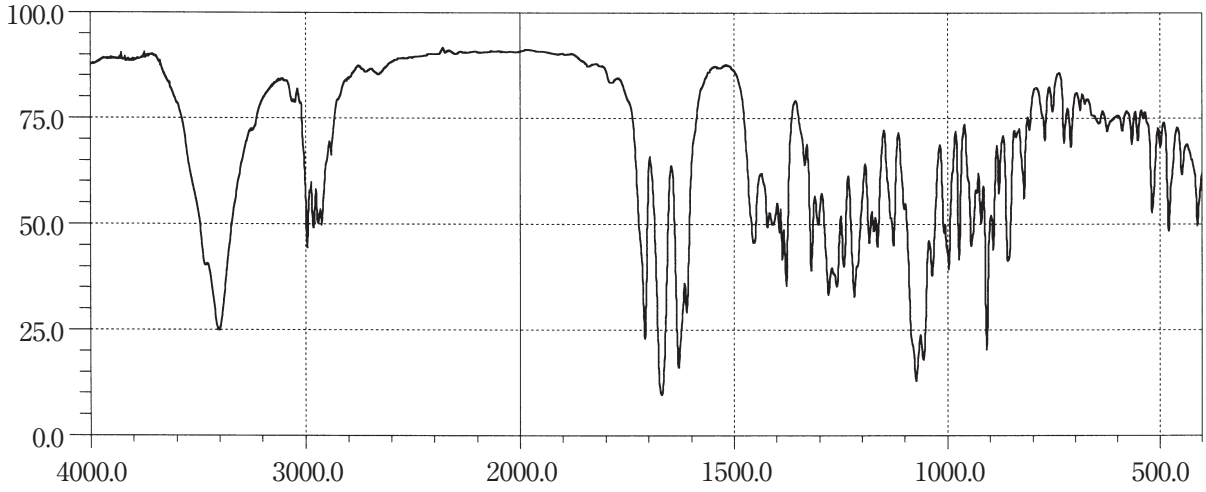
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルオキシメステロン



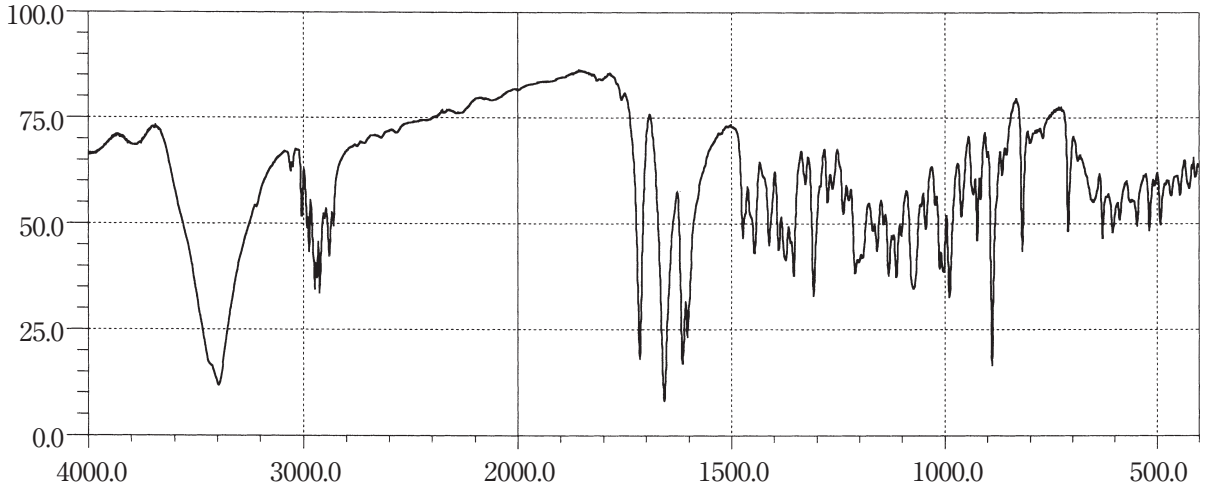
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルオシノロンアセトニド



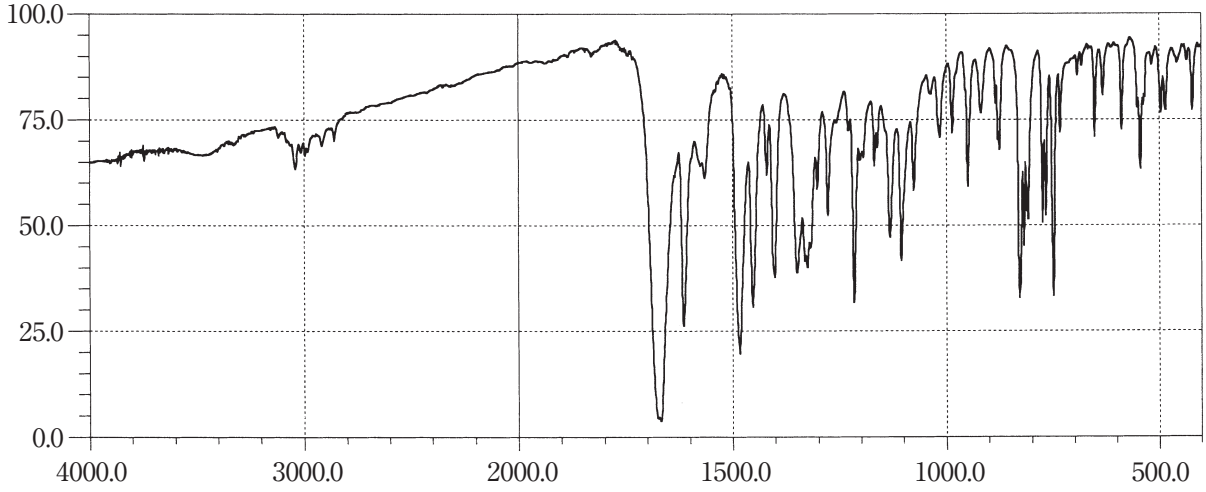
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルオロメトロン



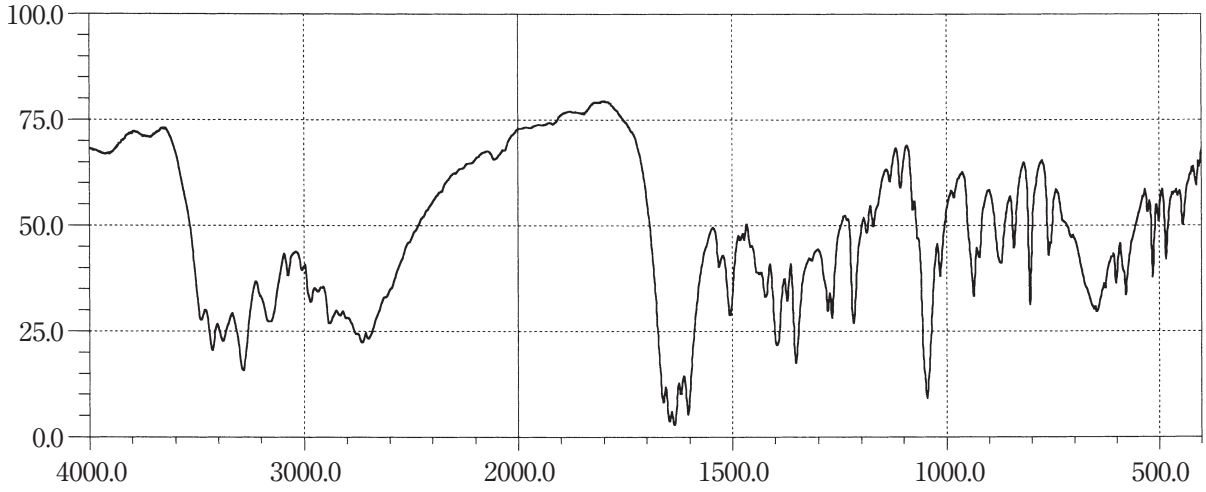
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルジアゼパム



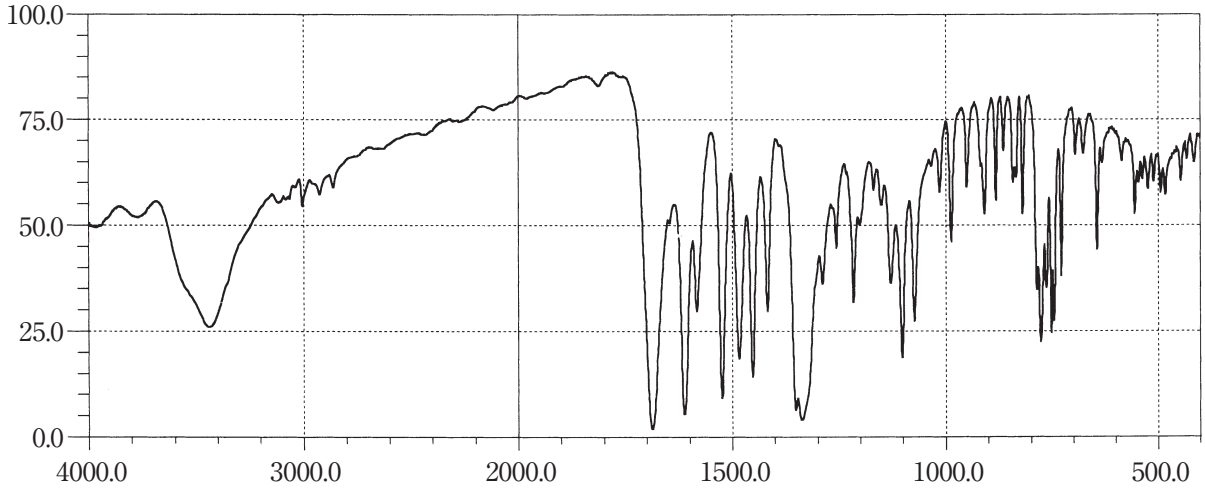
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルスルチアミン塩酸塩



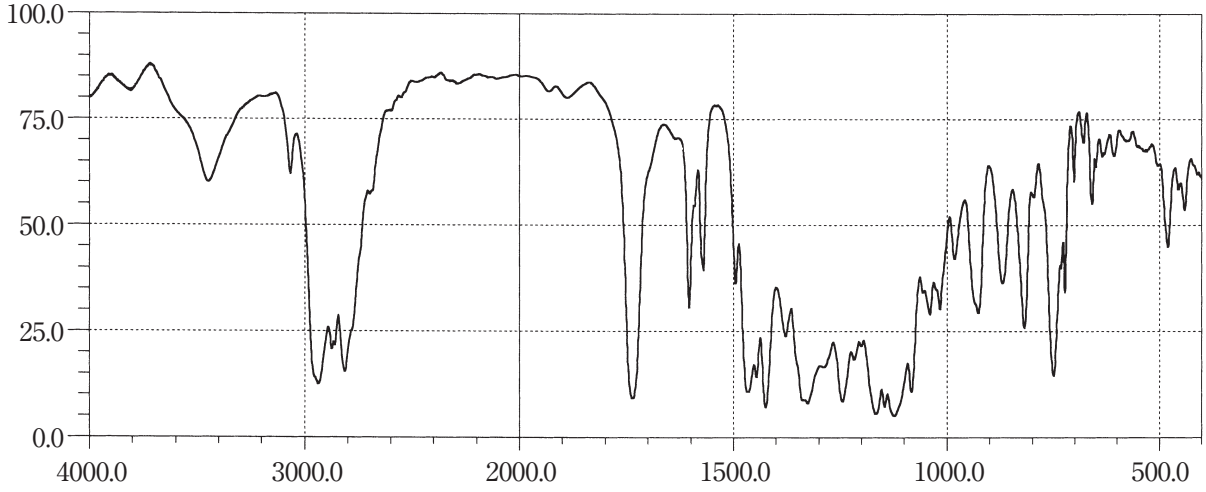
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルニトラゼパム



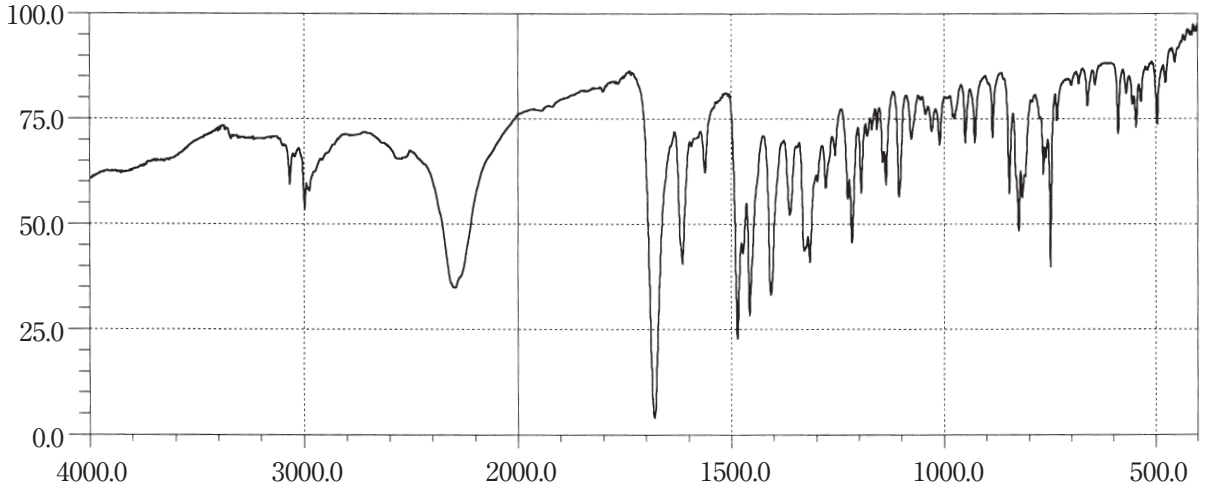
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フルフェナジンエナント酸エステル



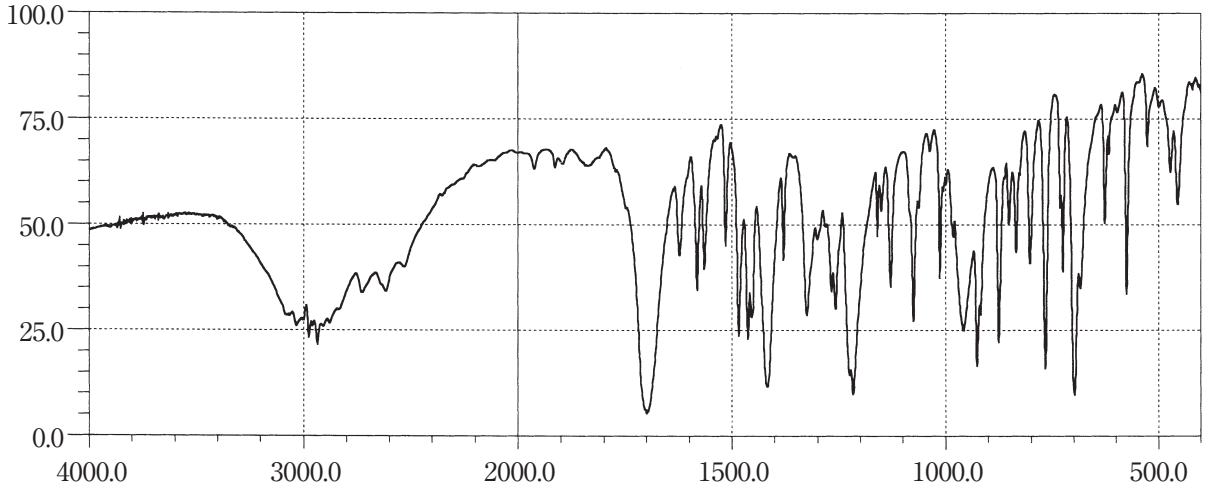
試料調製法：液膜法

フルラゼパム塩酸塩



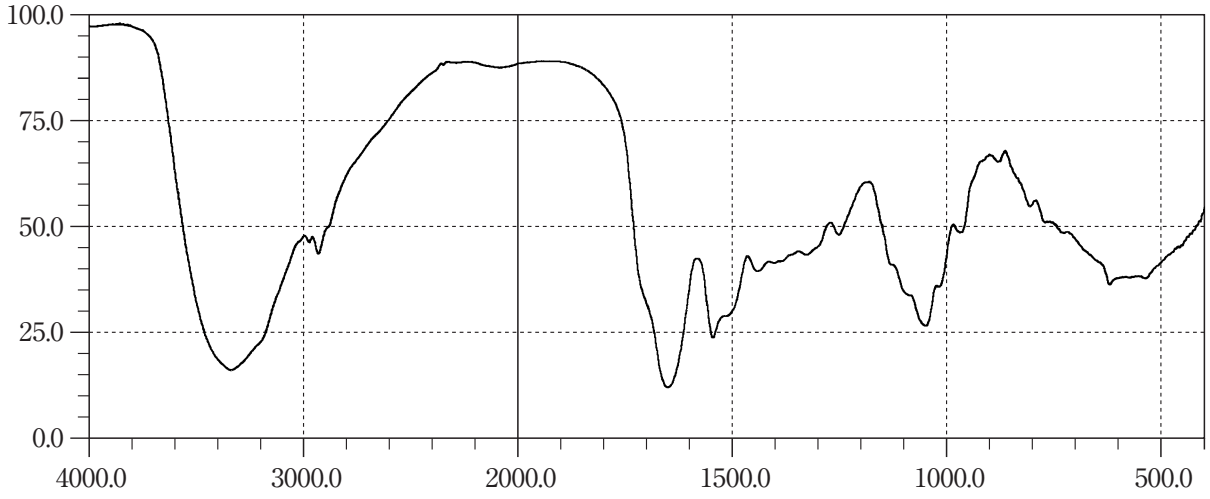
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

フルルビプロフェン



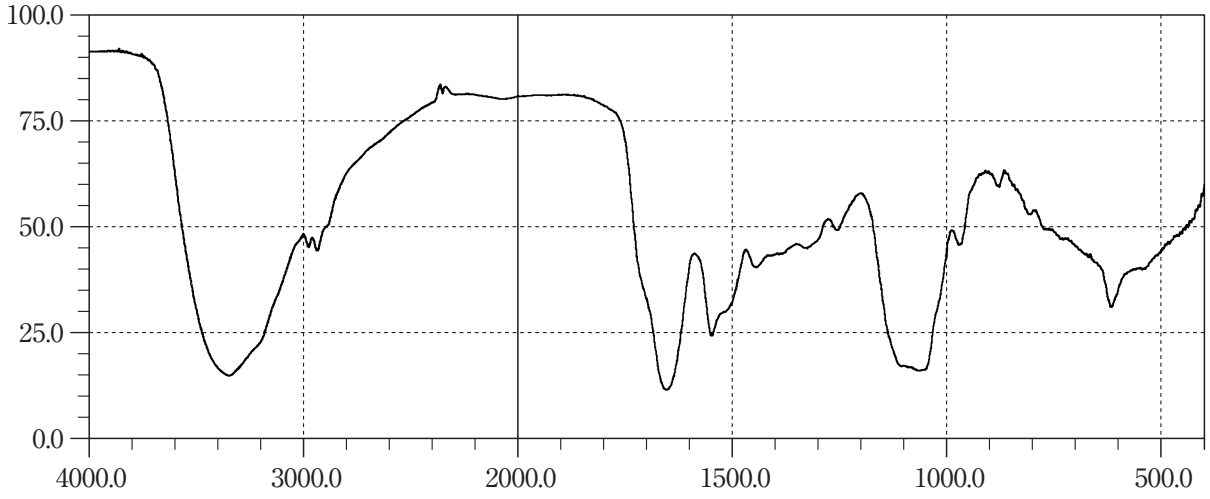
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブレオマイシン塩酸塩



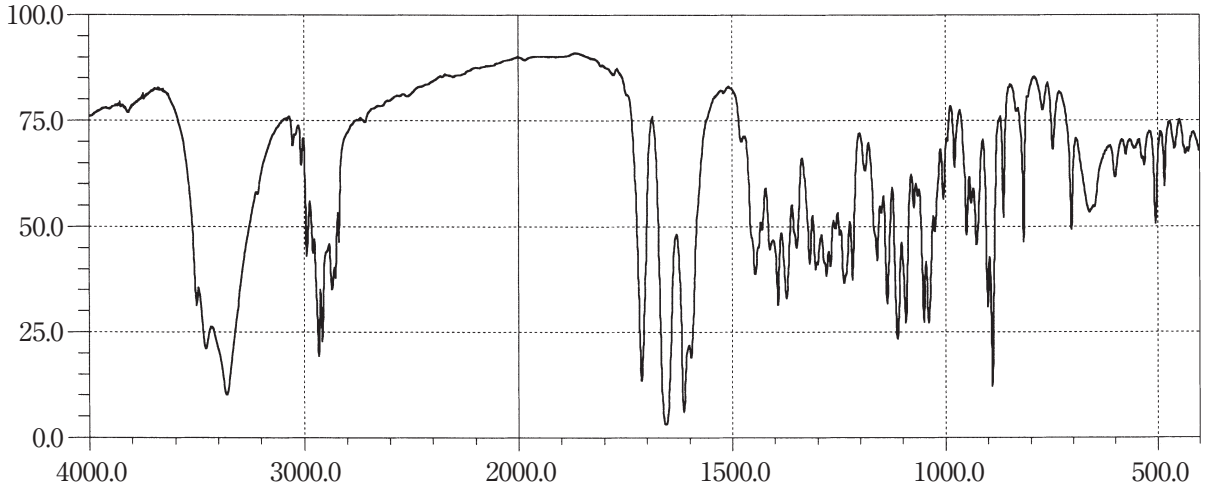
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブレオマイシン硫酸塩



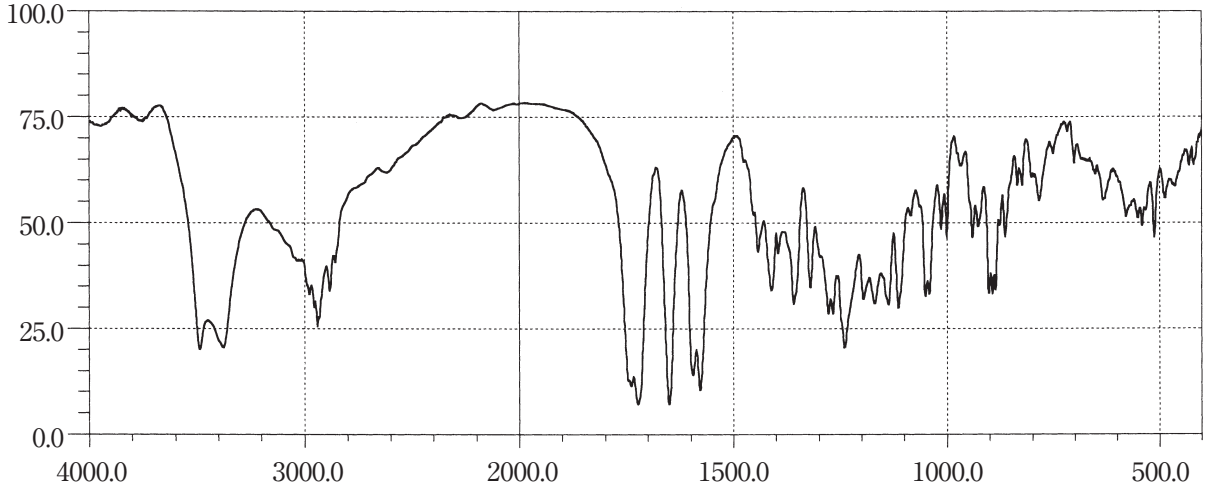
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プレドニゾロン



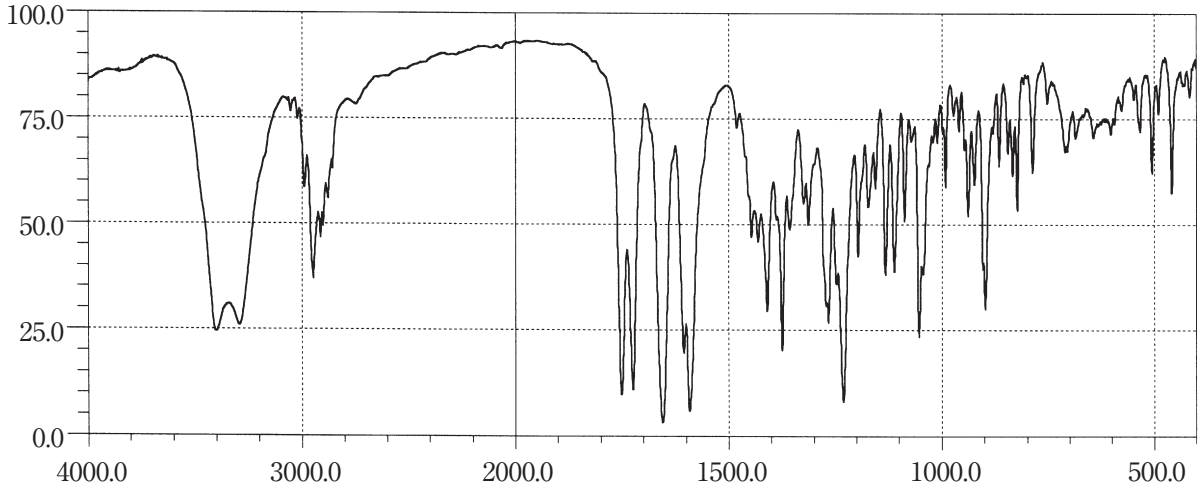
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プレドニゾロンコハク酸エステル



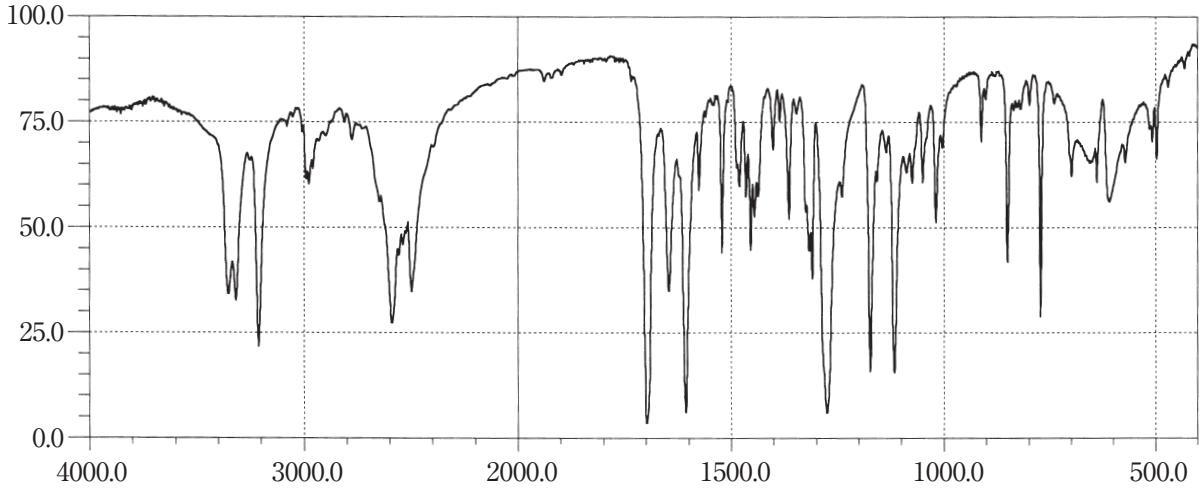
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プレドニゾロン酢酸エステル



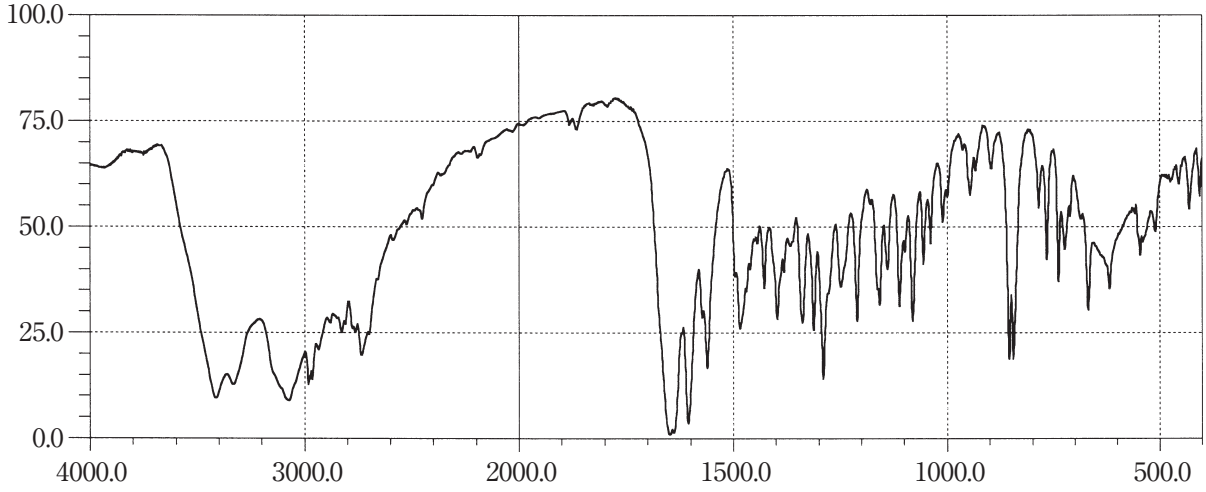
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プロカイン塩酸塩



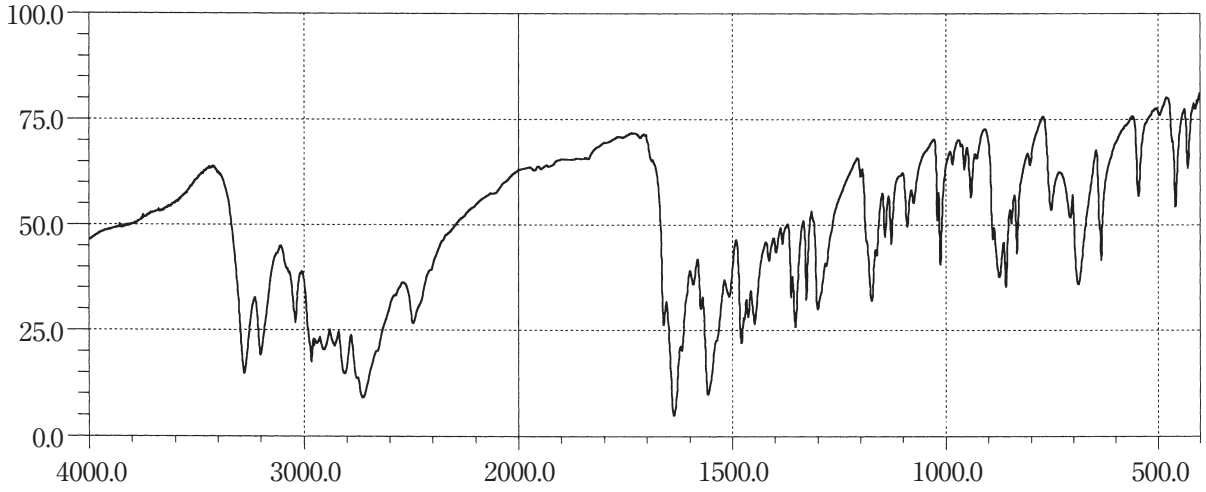
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

プロカテロール塩酸塩水和物



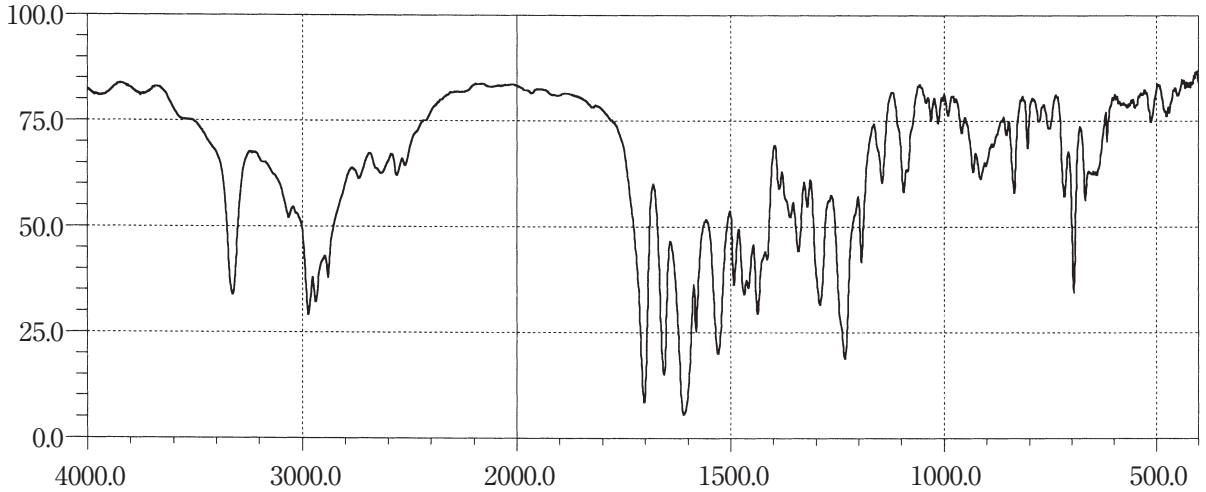
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プロカルバジン塩酸塩



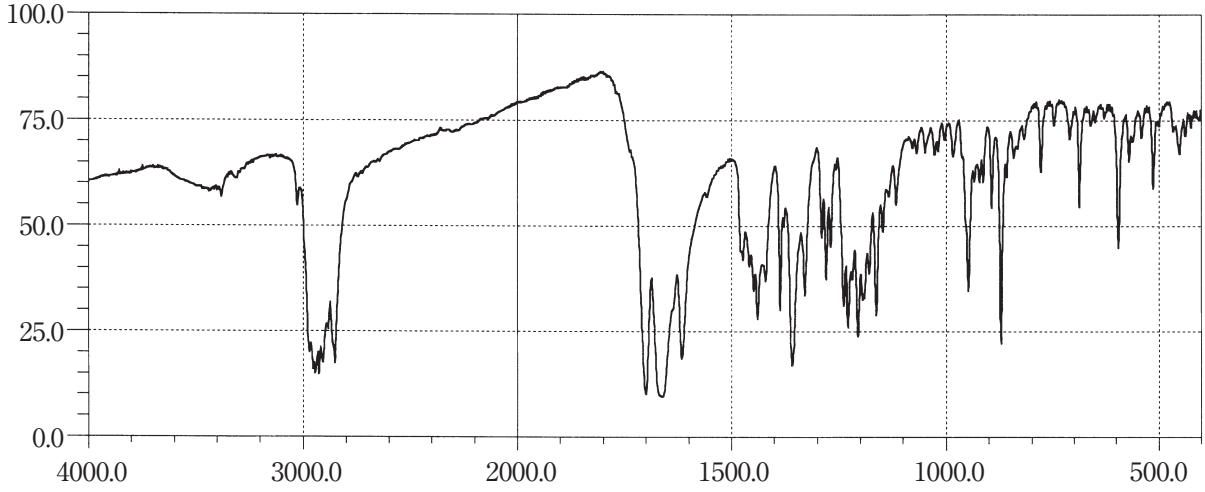
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

プログルミド



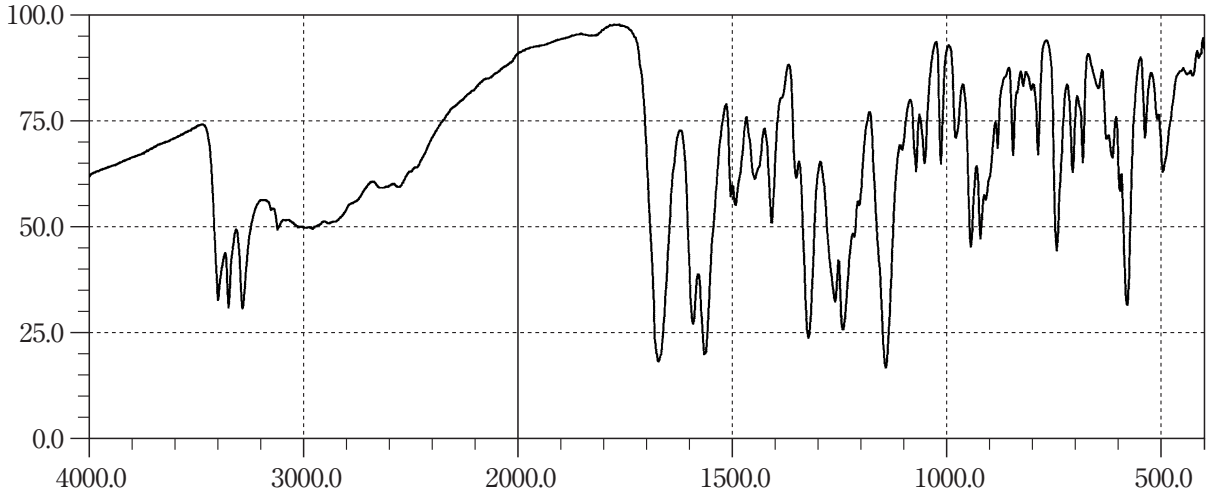
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プロゲステロン



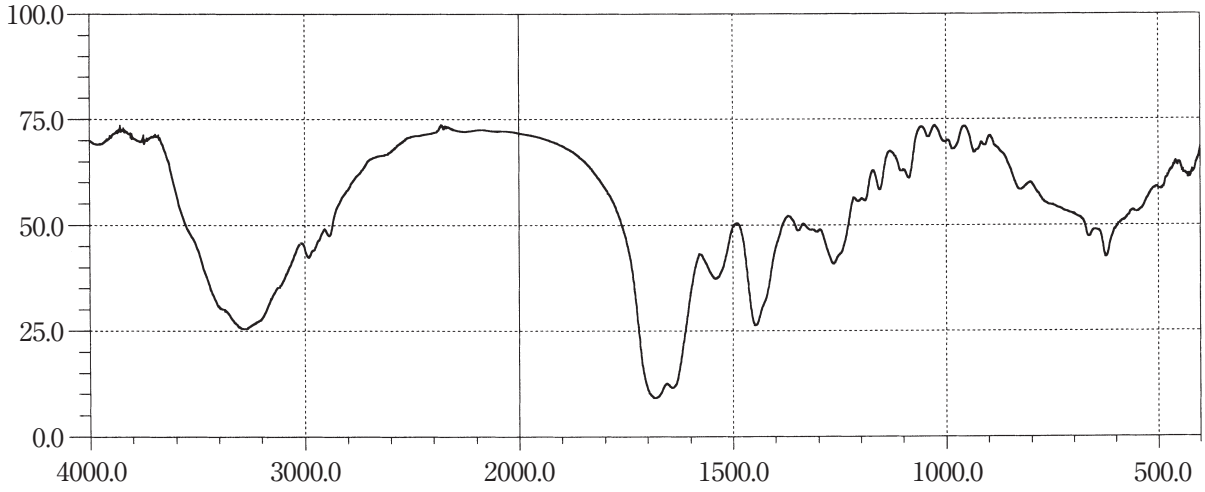
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フロセミド



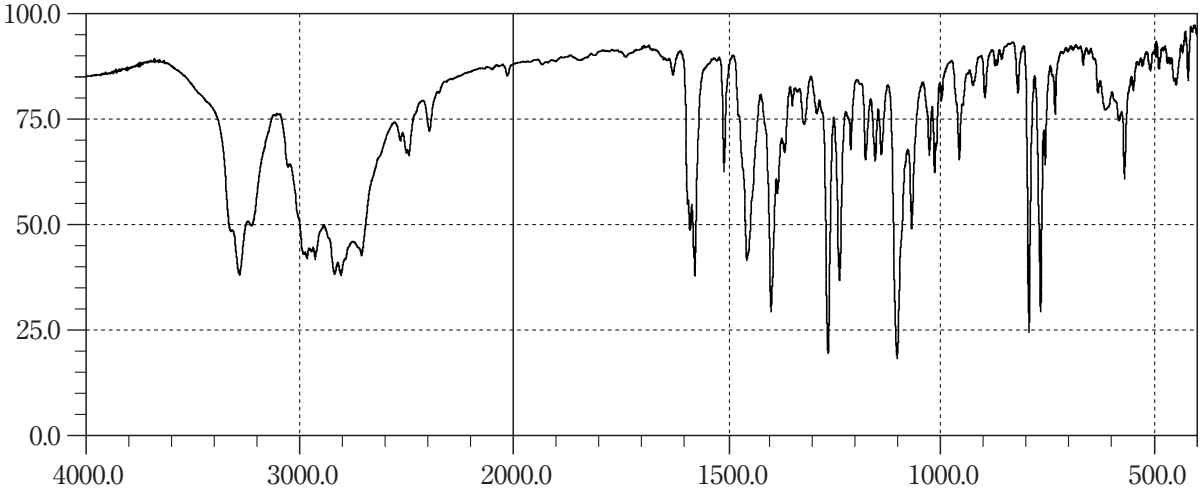
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プロチレリン



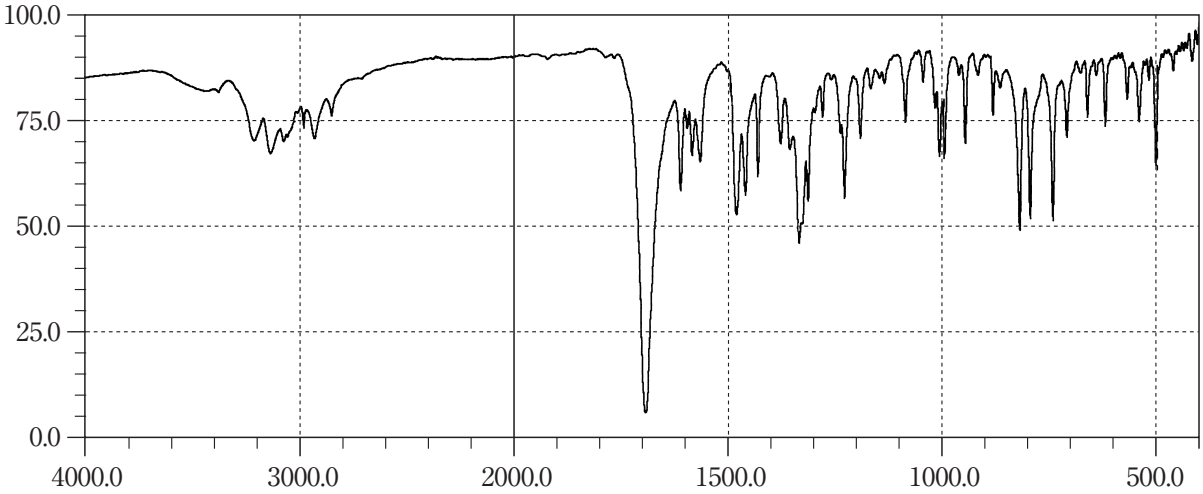
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プロプラノロール塩酸塩



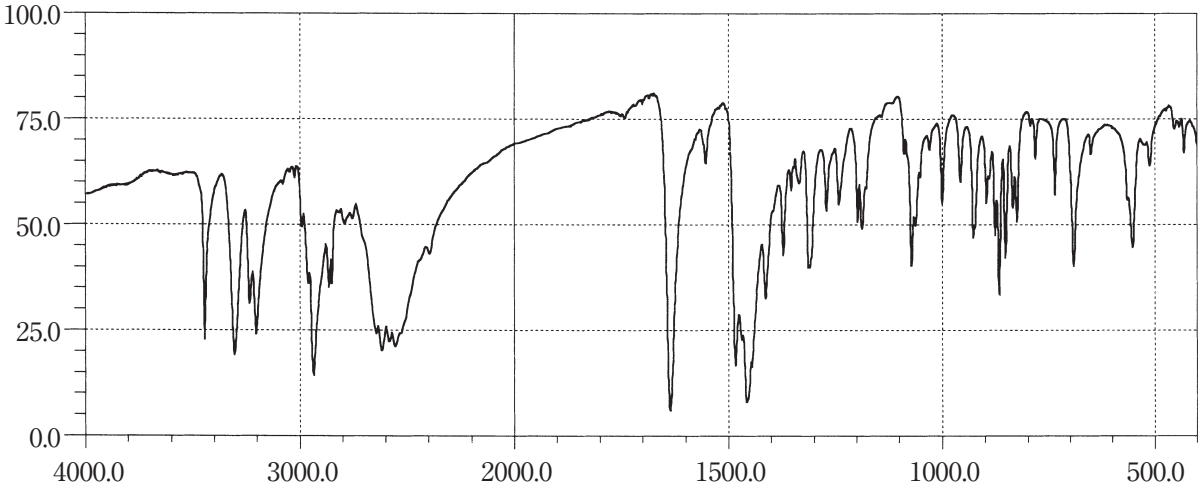
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ブロマゼパム



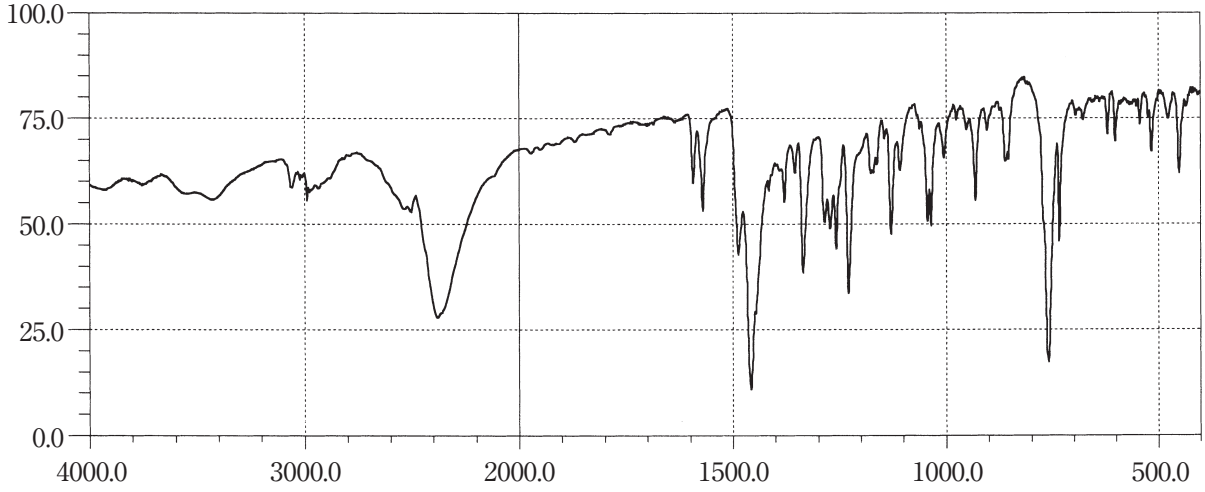
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブロムヘキシン塩酸塩



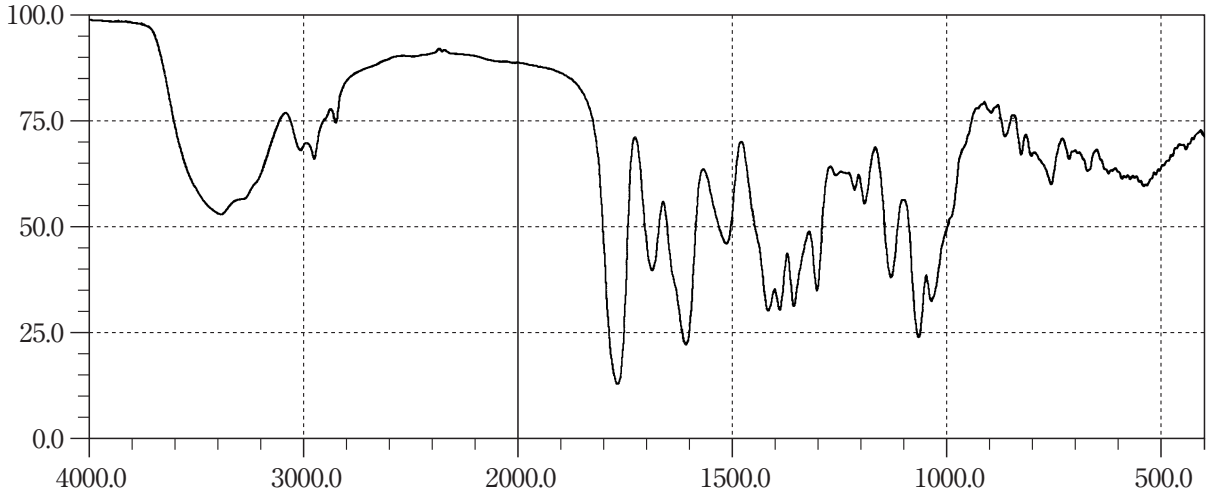
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

プロメタジン塩酸塩



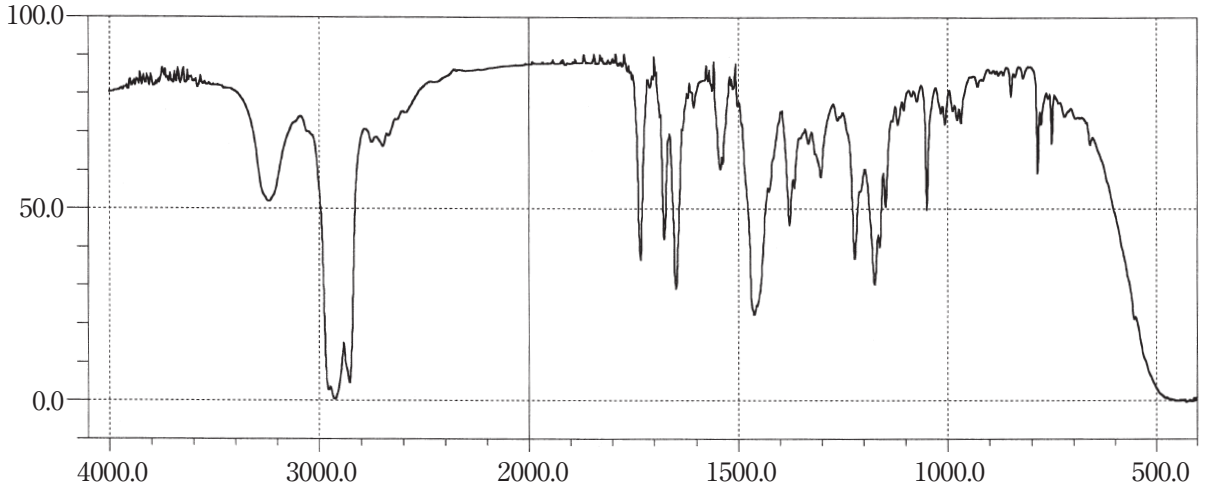
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

フロモキセフナトリウム



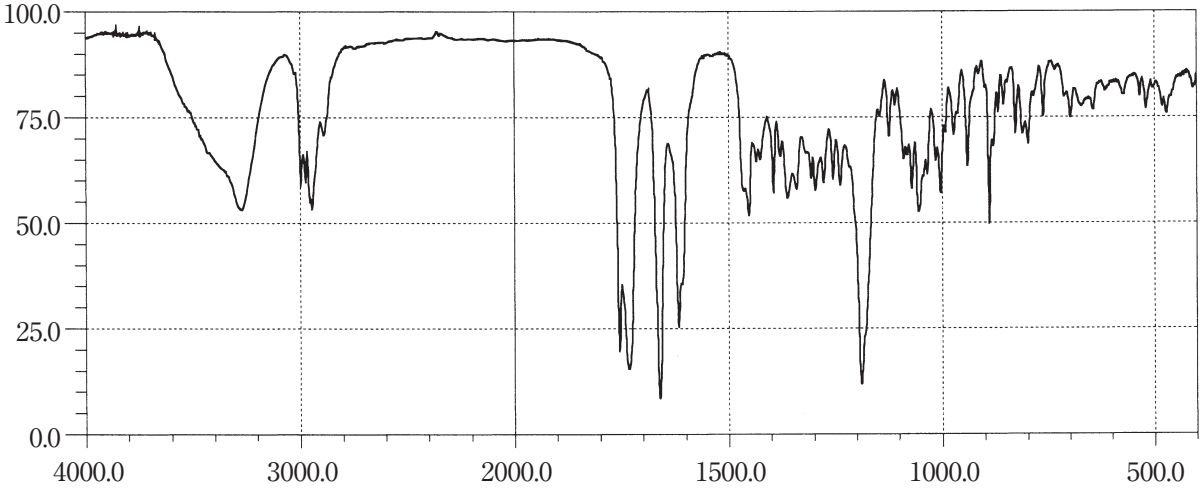
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ブロモクリプチンメシル酸塩



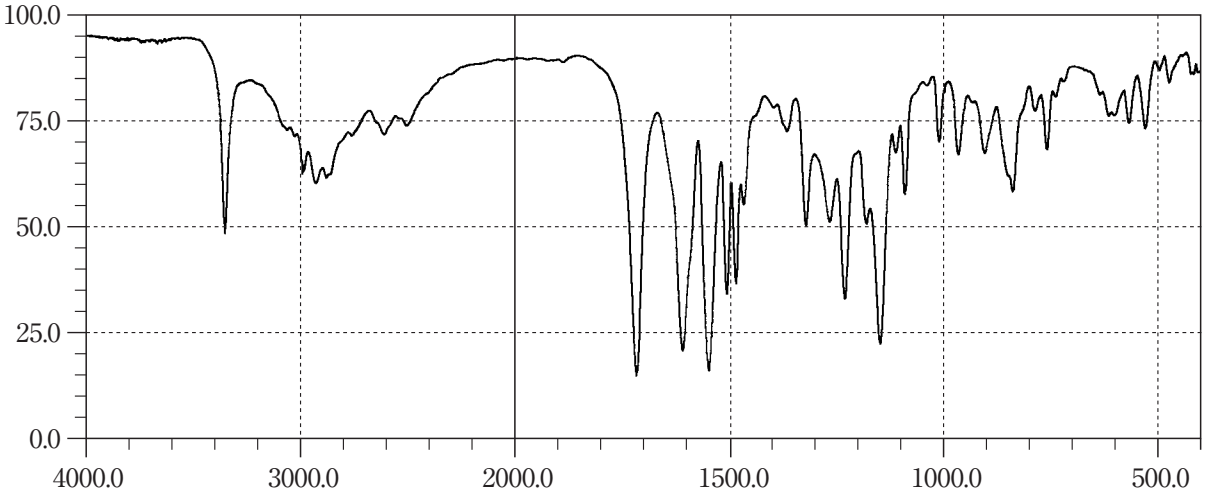
試料調製法：ペースト法

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル



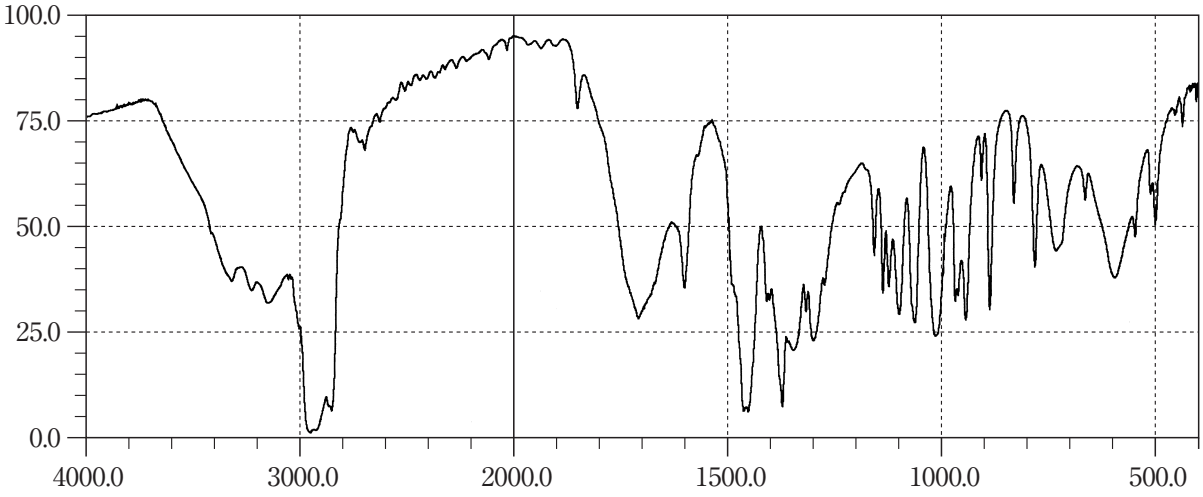
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベザフィブラート



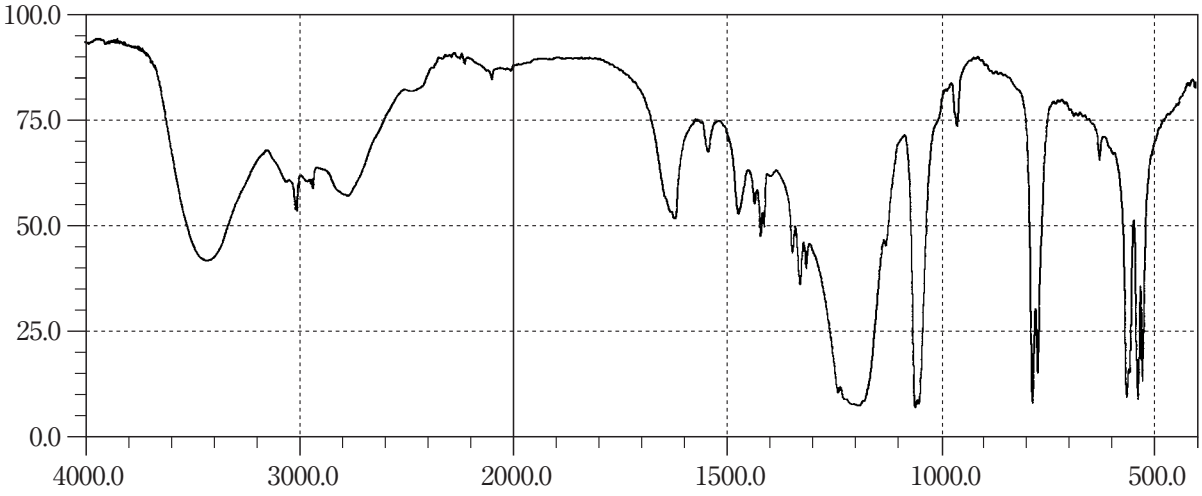
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベタネコール塩化物



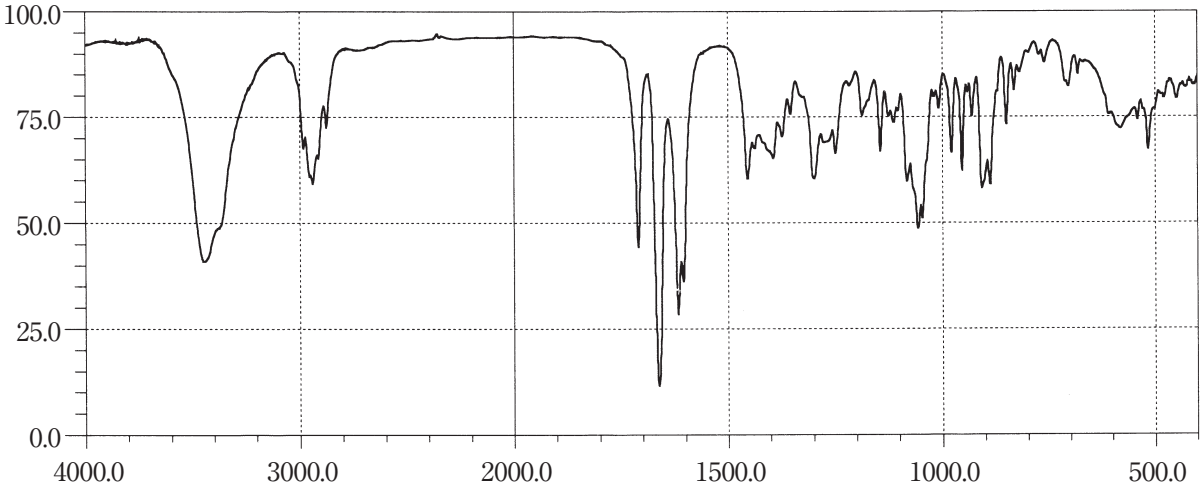
試料調製法：ペースト法

ベタヒスチンメシル酸塩



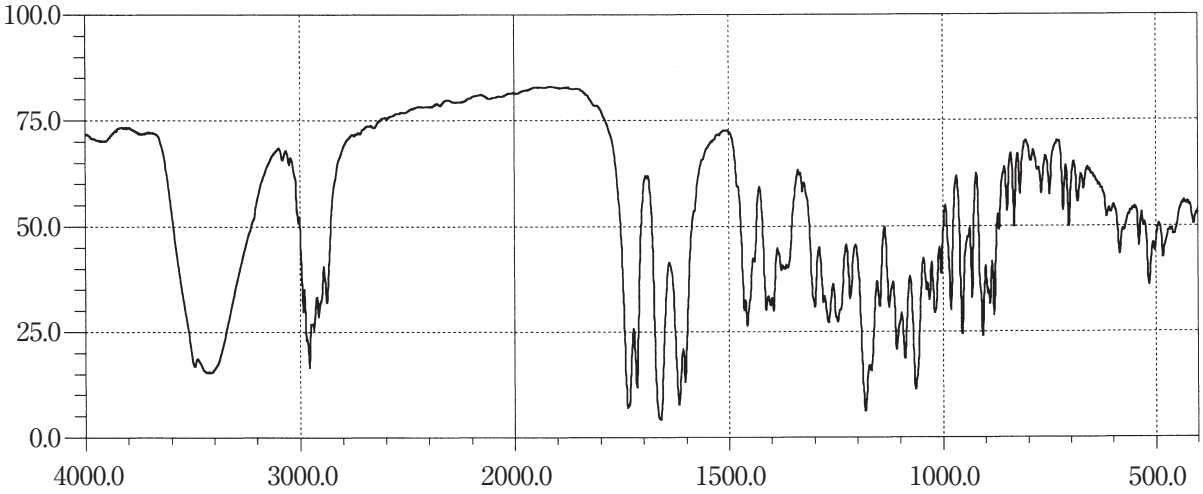
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベタメタゾン



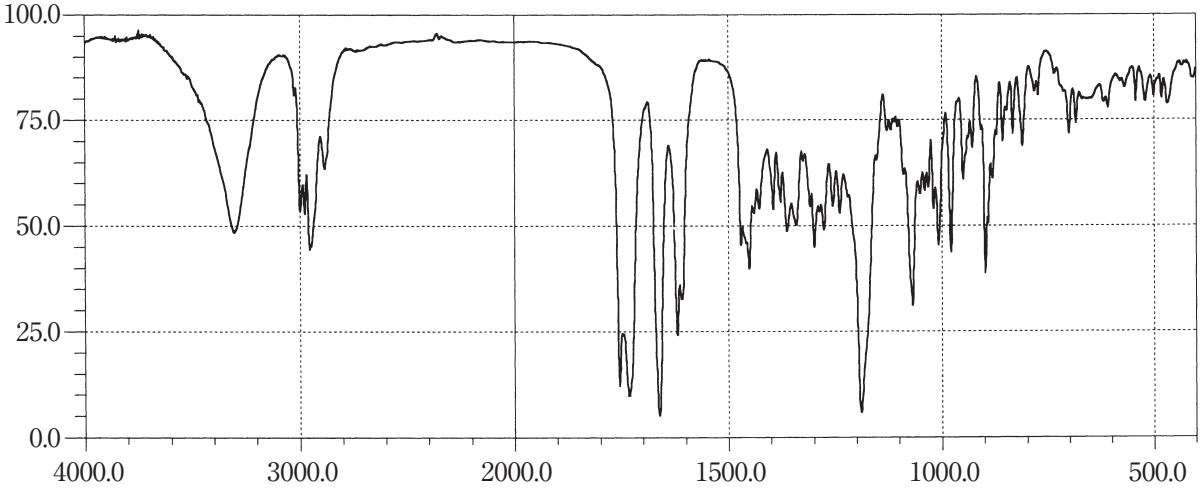
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベタメタゾン吉草酸エステル



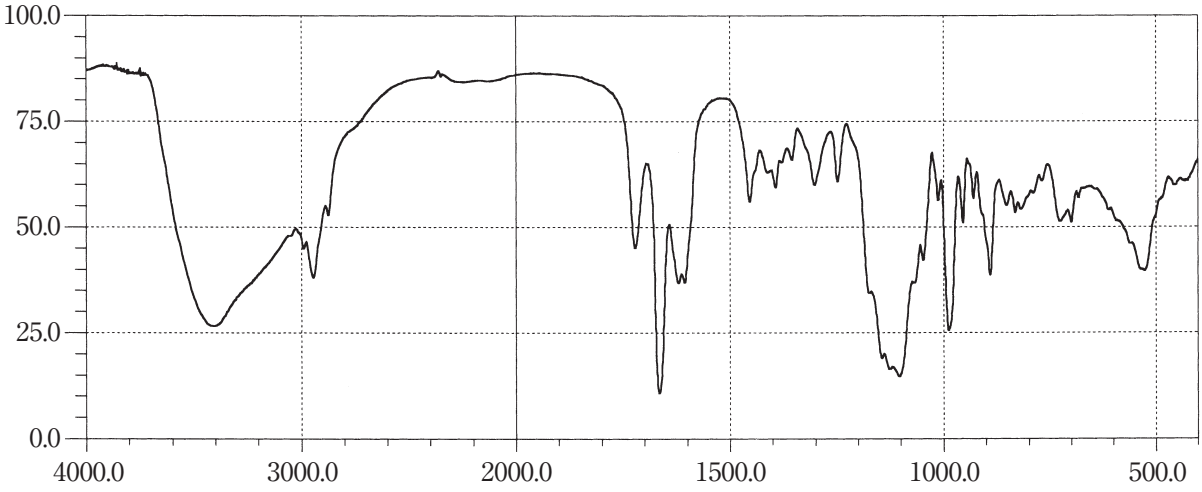
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル



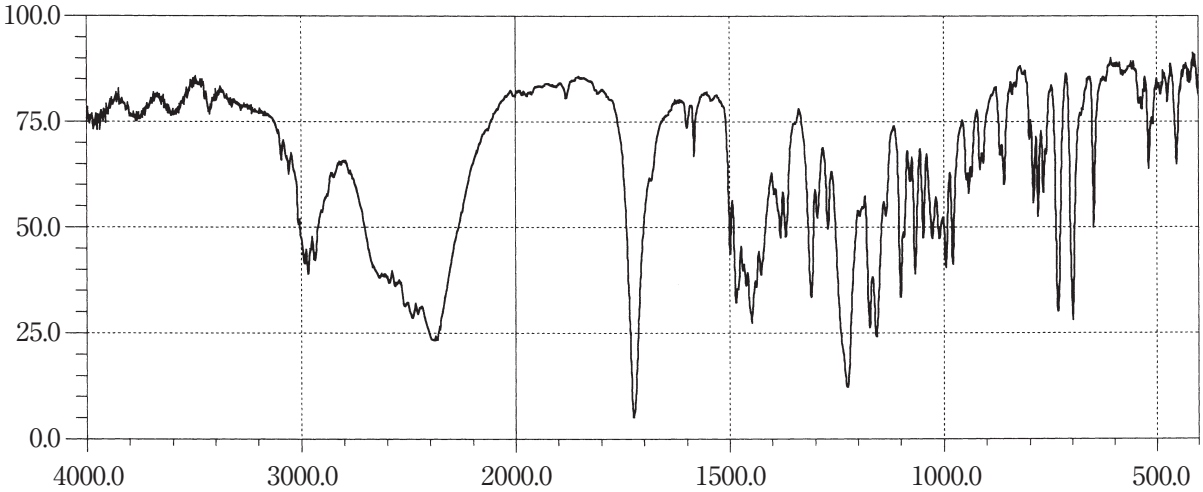
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム



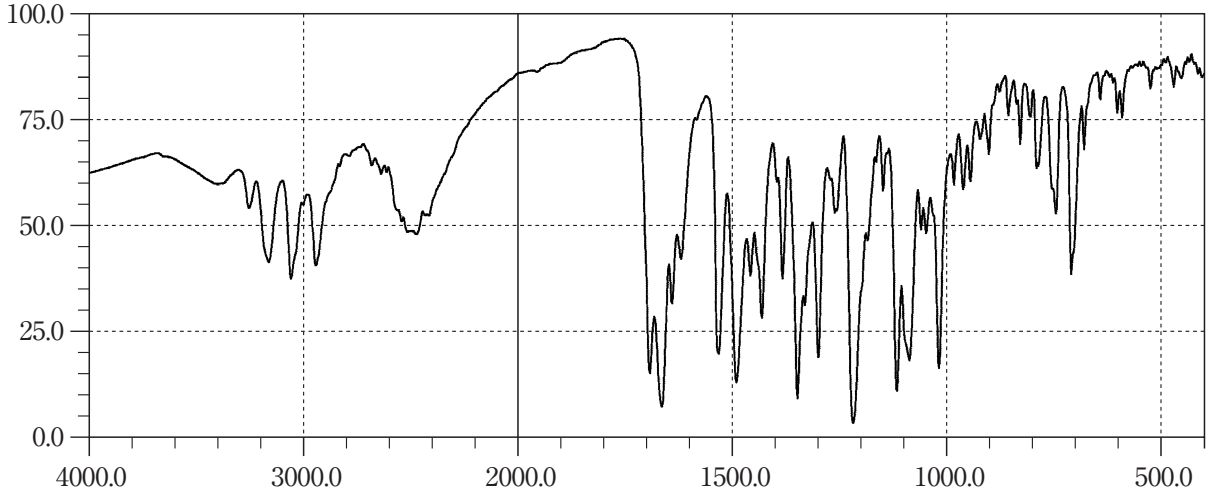
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ペチジン塩酸塩



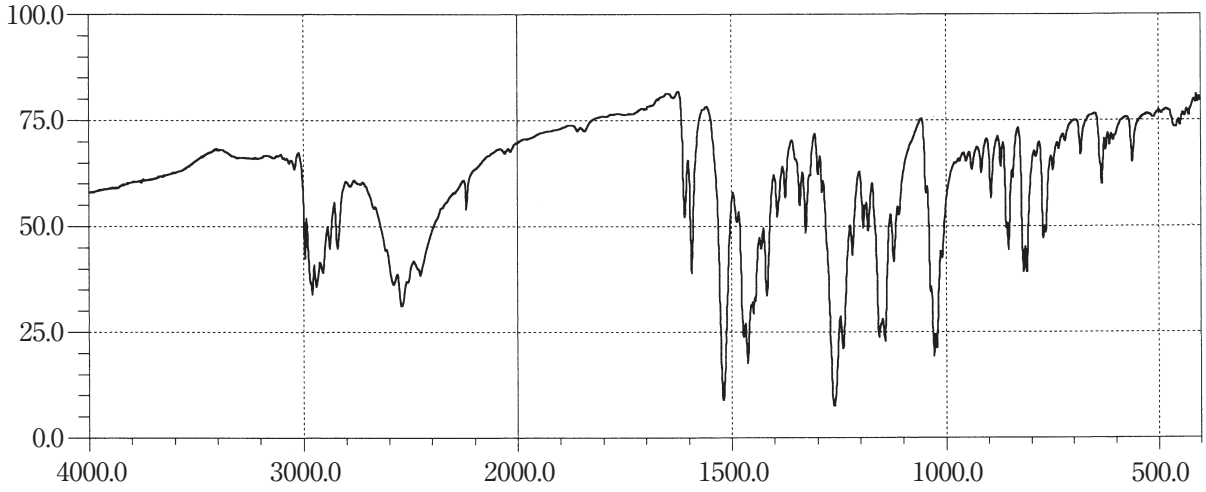
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベニジピン塩酸塩



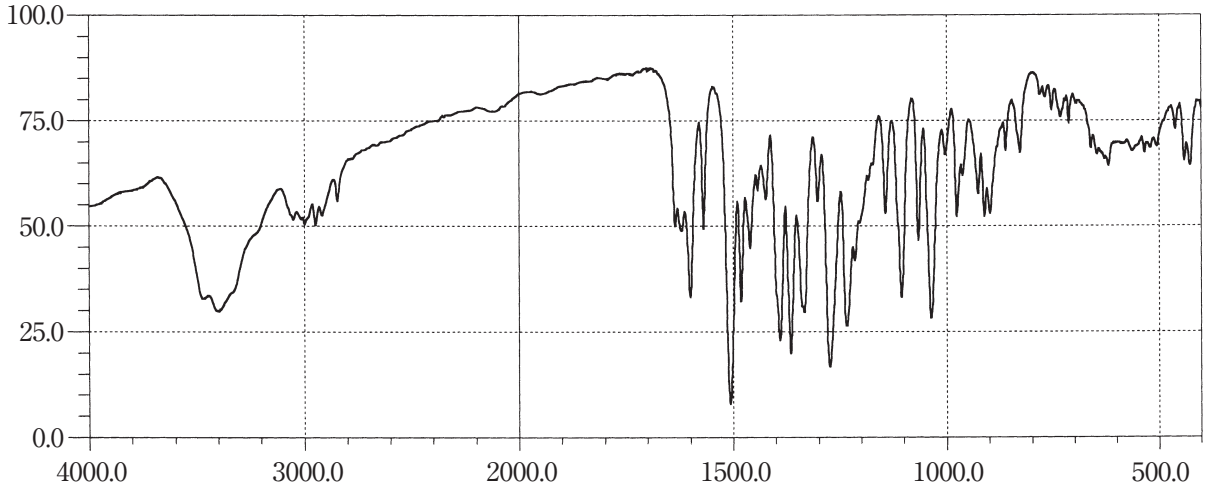
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ベラパミル塩酸塩



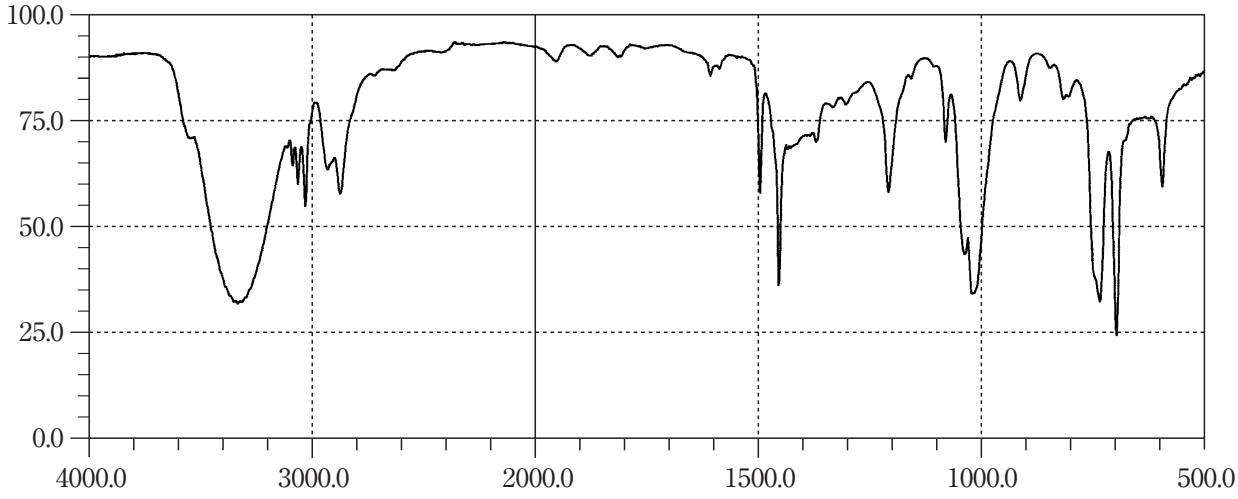
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ベルベリン塩化物水和物



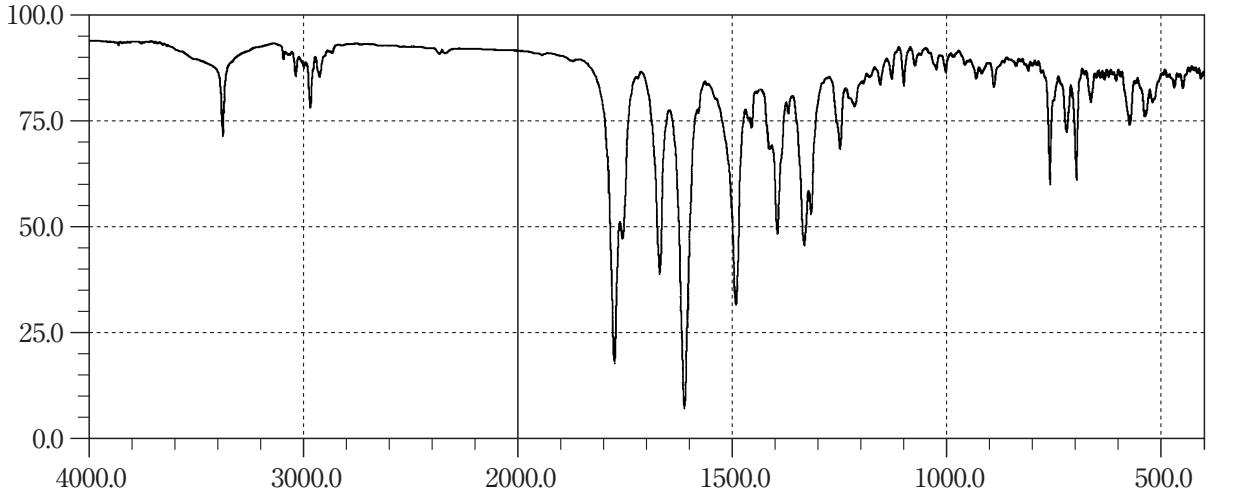
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベンジルアルコール



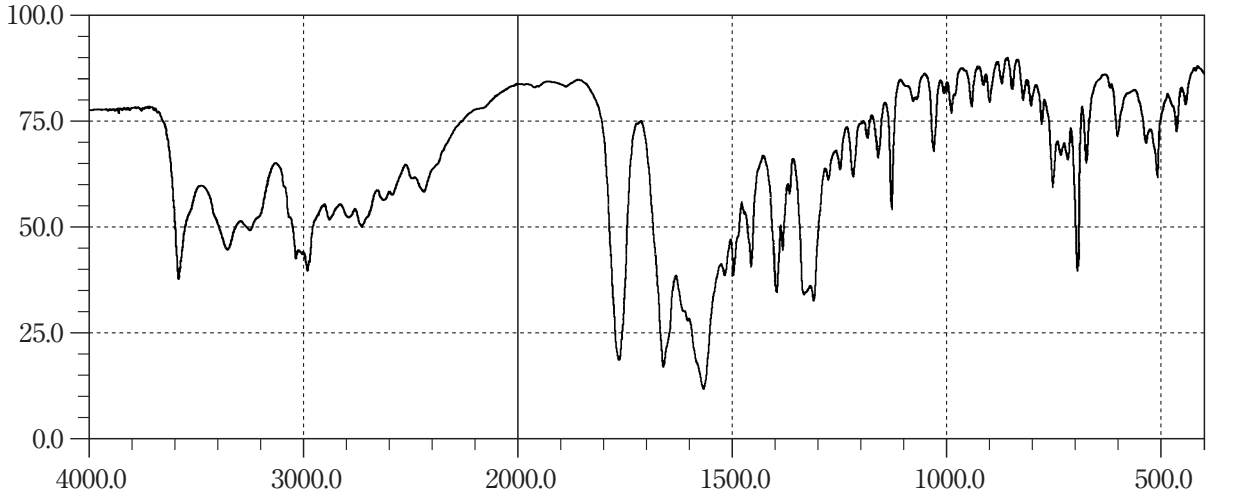
試料調製法：液膜法

ベンジルペニシリンカリウム



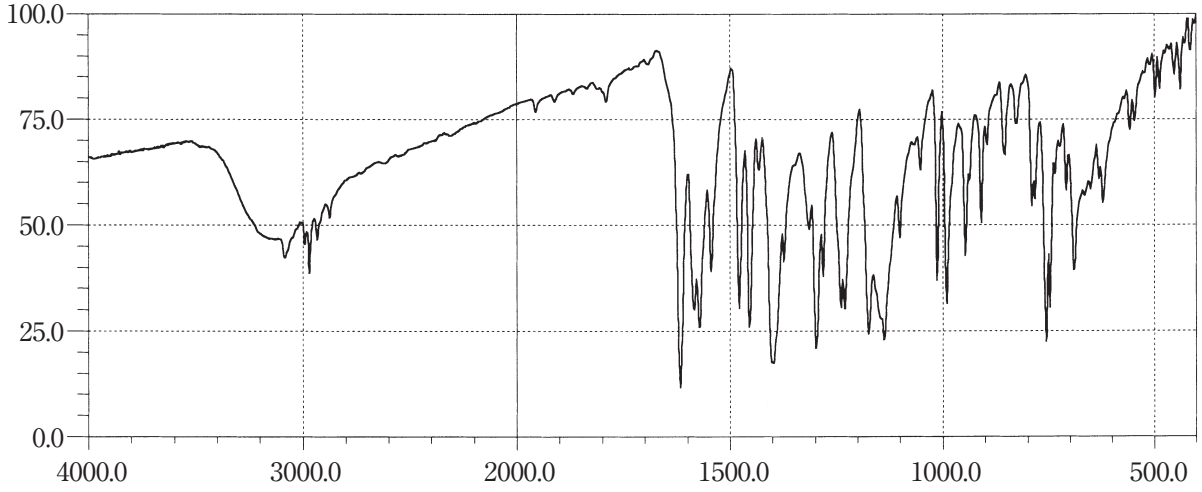
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベンジルペニシリンベンザチン水和物



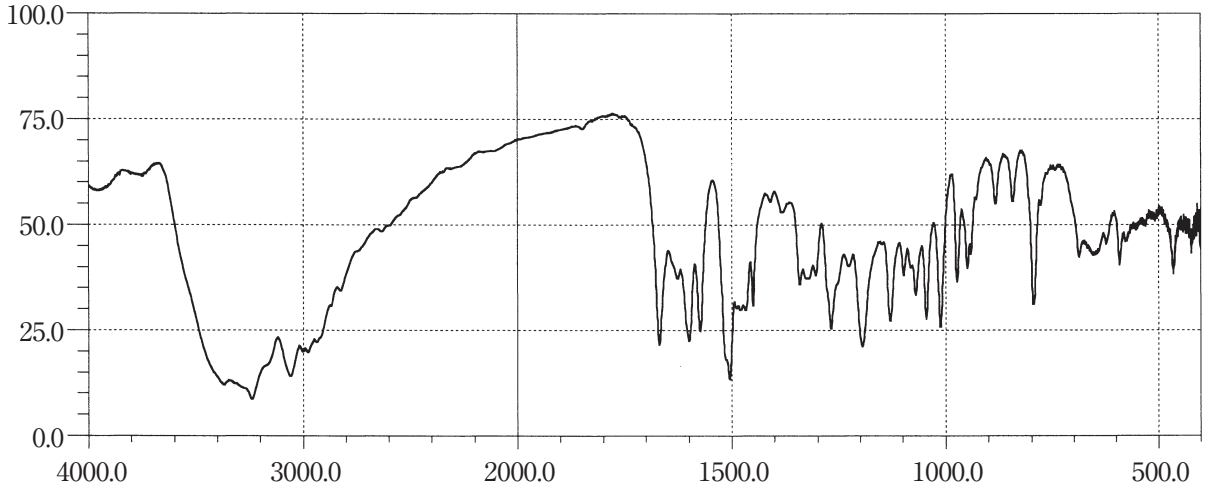
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベンズブロマロン



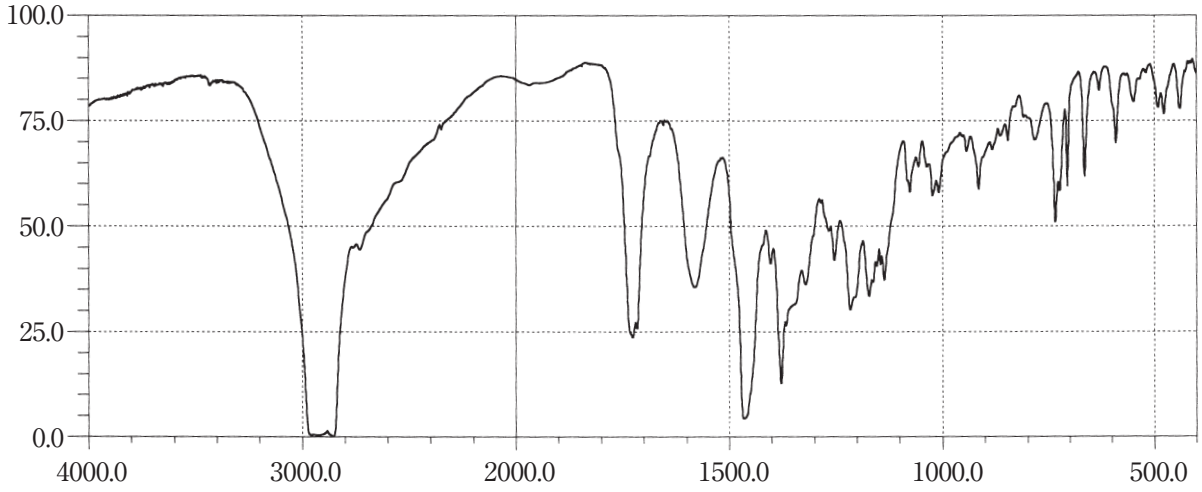
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ベンセラジド塩酸塩



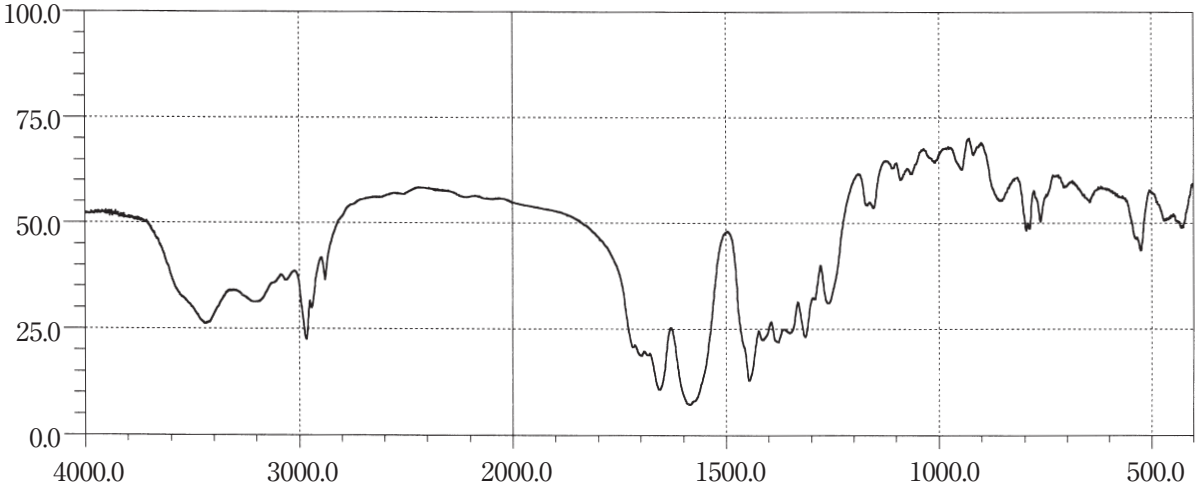
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ペントキシベリンクエン酸塩



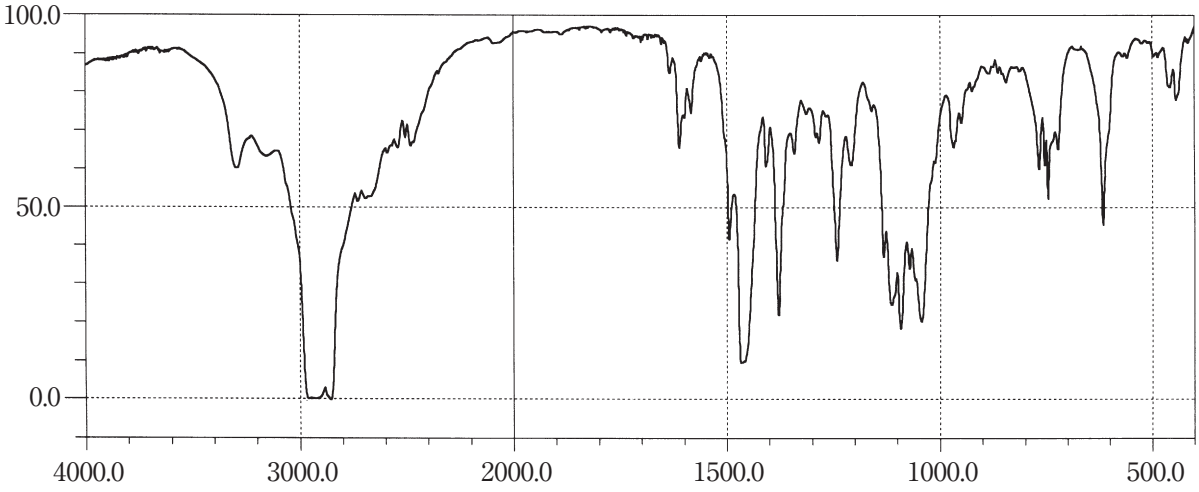
試料調製法：ペースト法

ペントバルビタールカルシウム



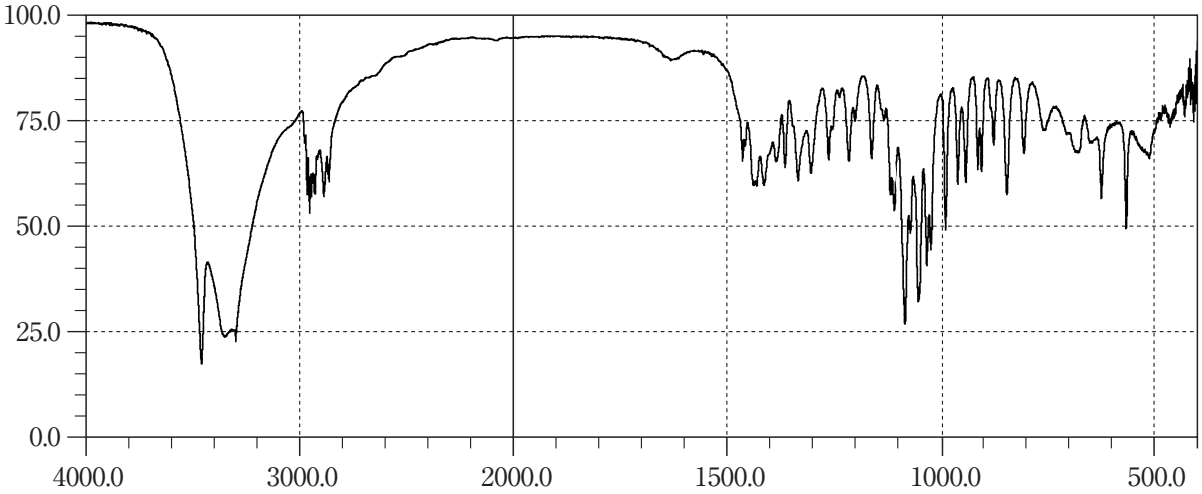
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ペンブトロール硫酸塩



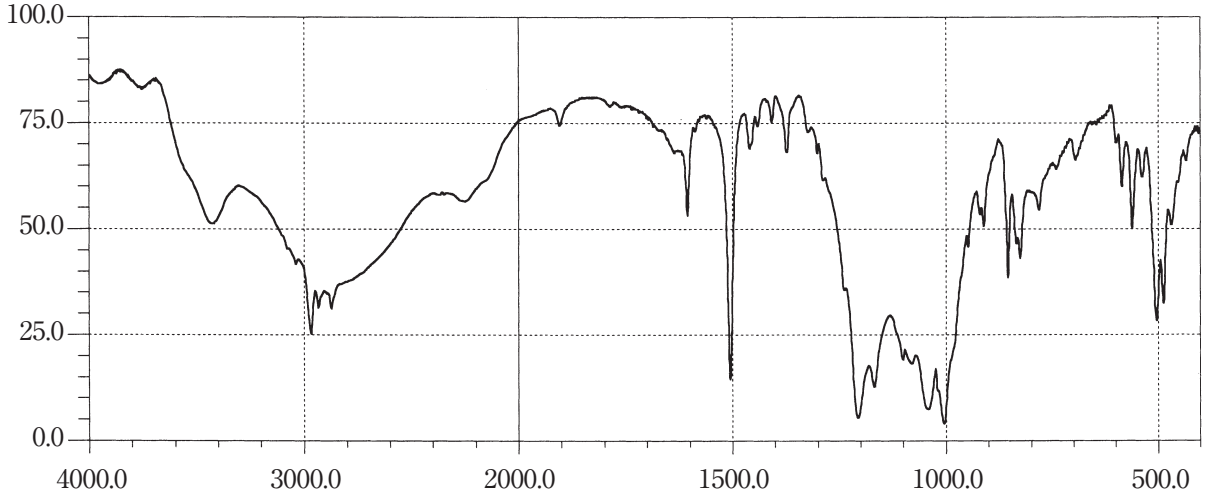
試料調製法：ペースト法

ボグリボース



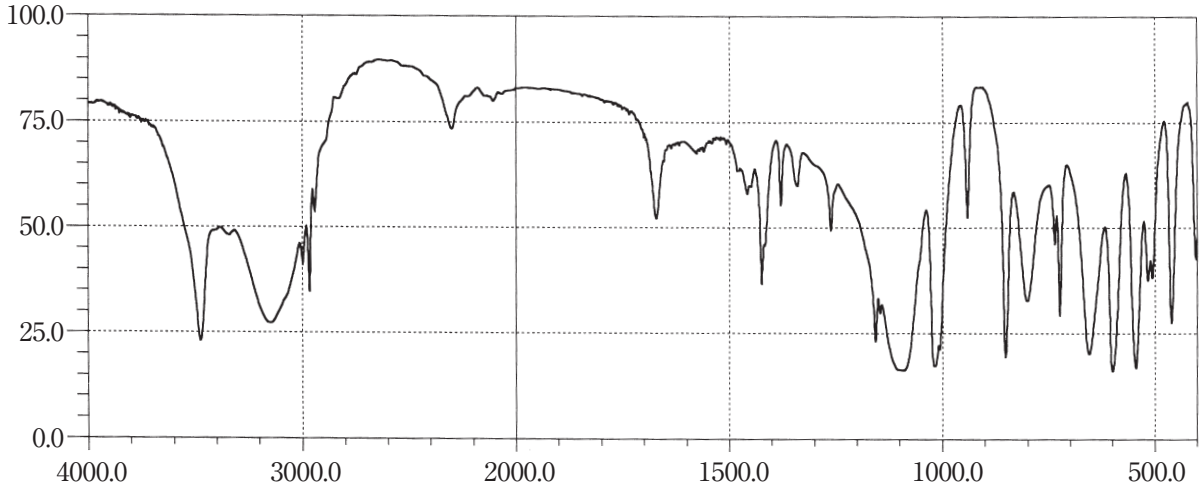
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ホスフェストロール



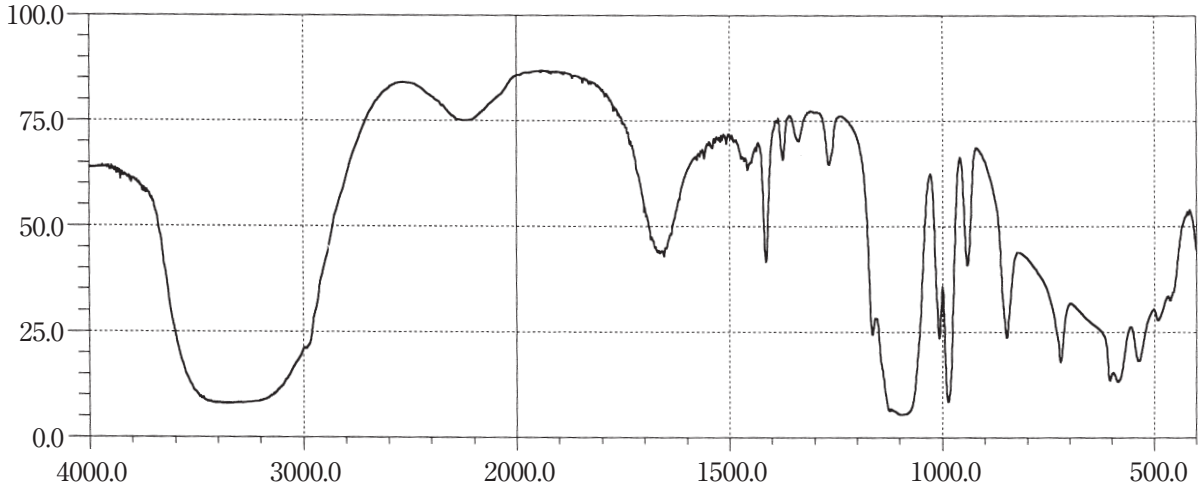
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ホスホマイシンカルシウム水和物



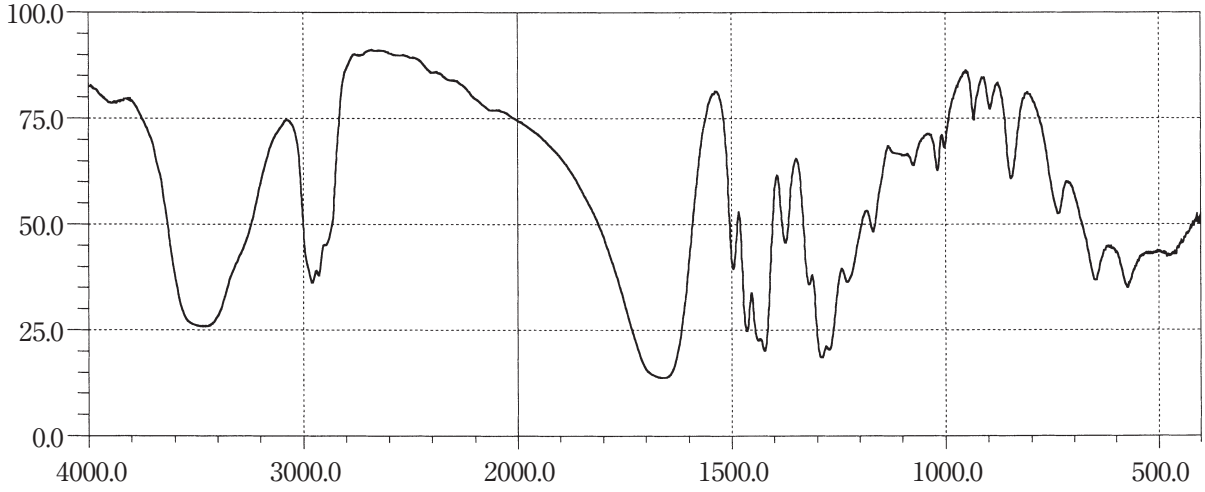
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ホスホマイシンナトリウム



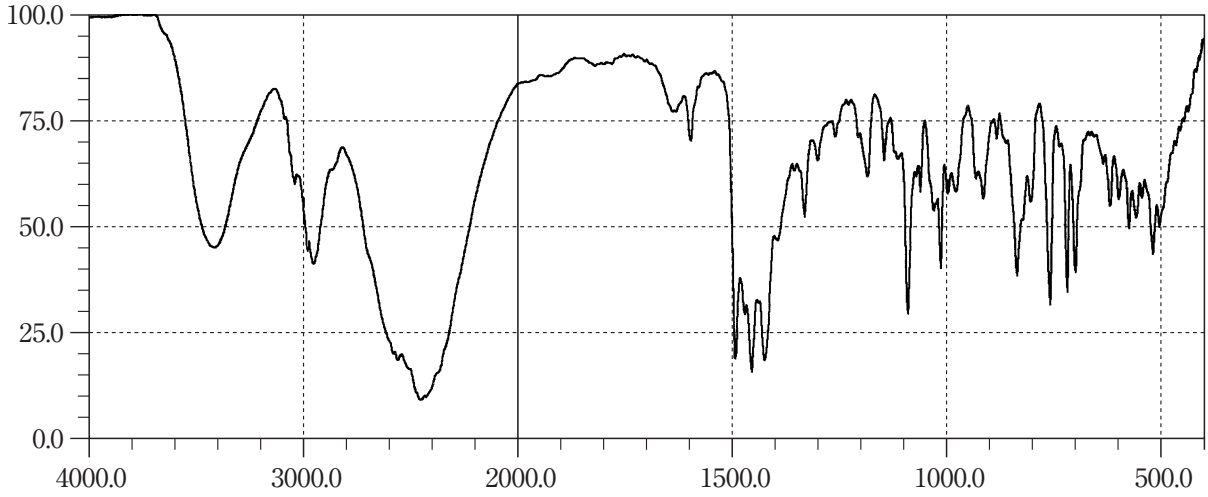
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ポビドン



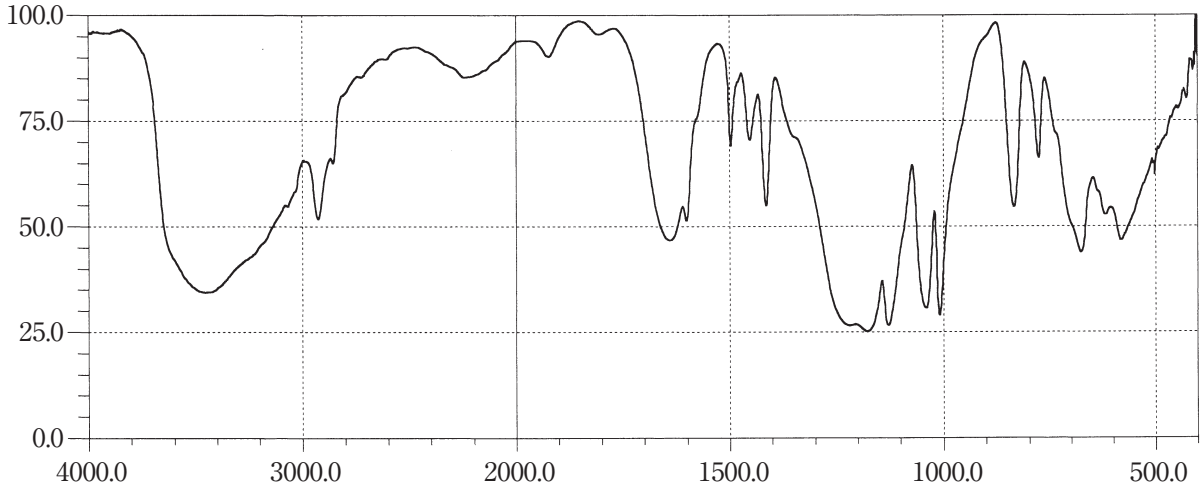
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ホモクロルシクリジン塩酸塩



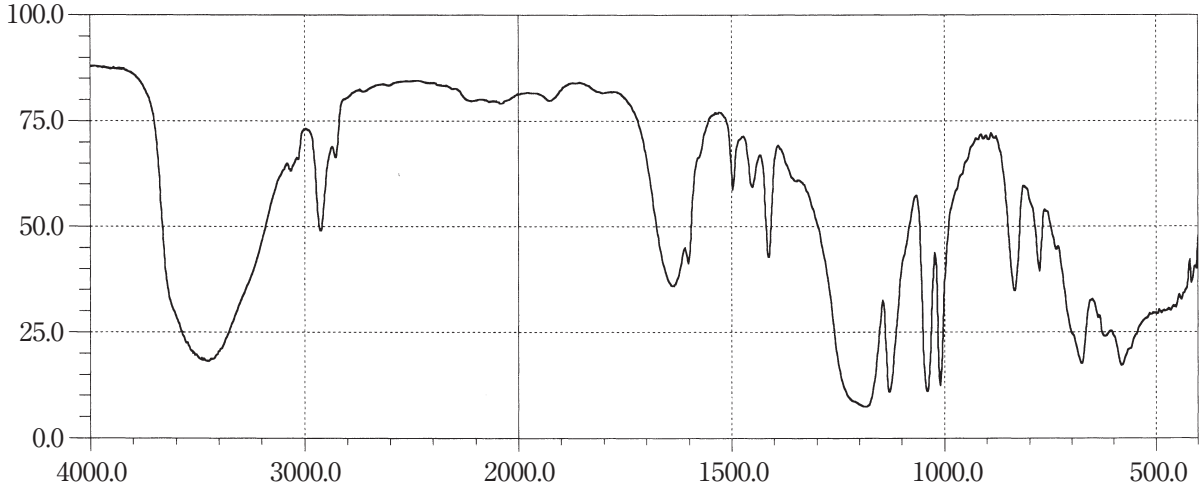
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ポリスチレンスルホン酸カルシウム



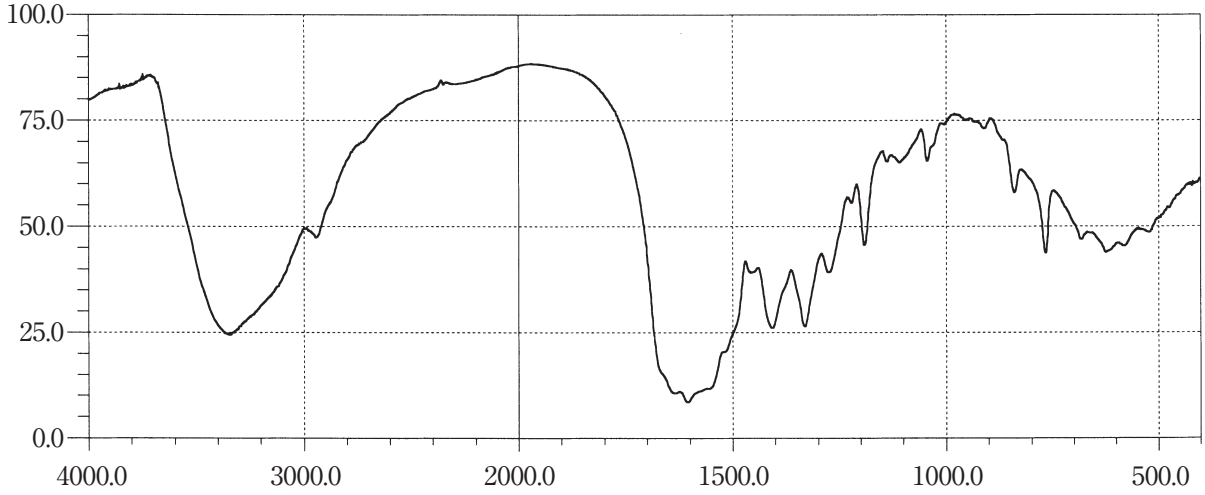
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム



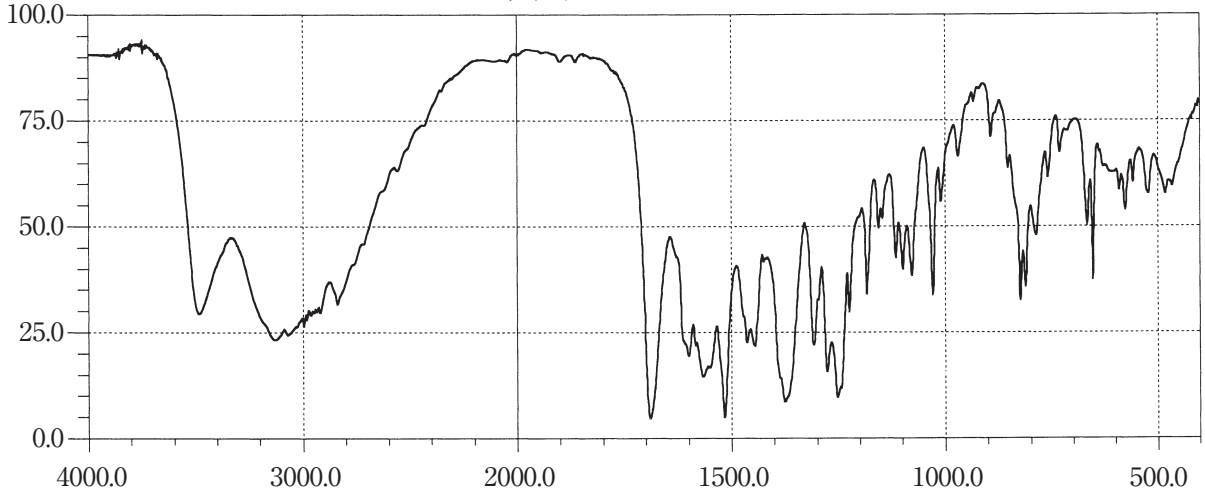
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ホリナートカルシウム



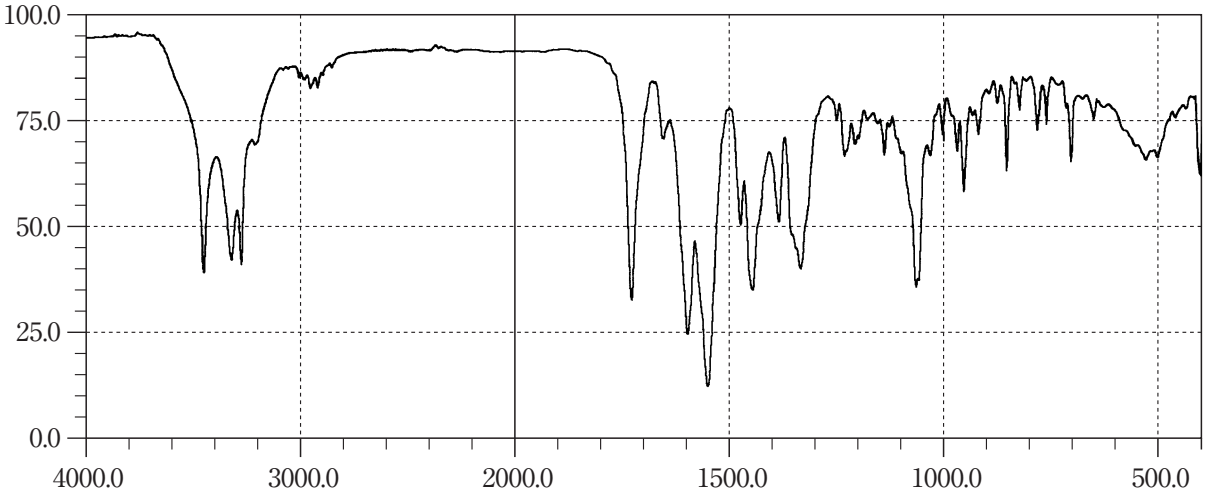
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ホルモテロールフマル酸塩水和物



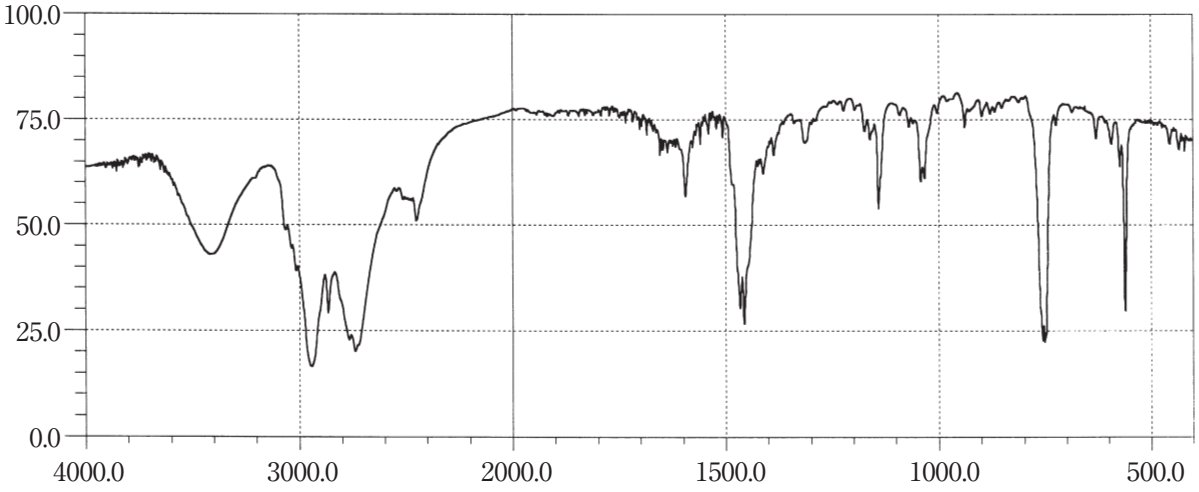
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

マイトマイシンC



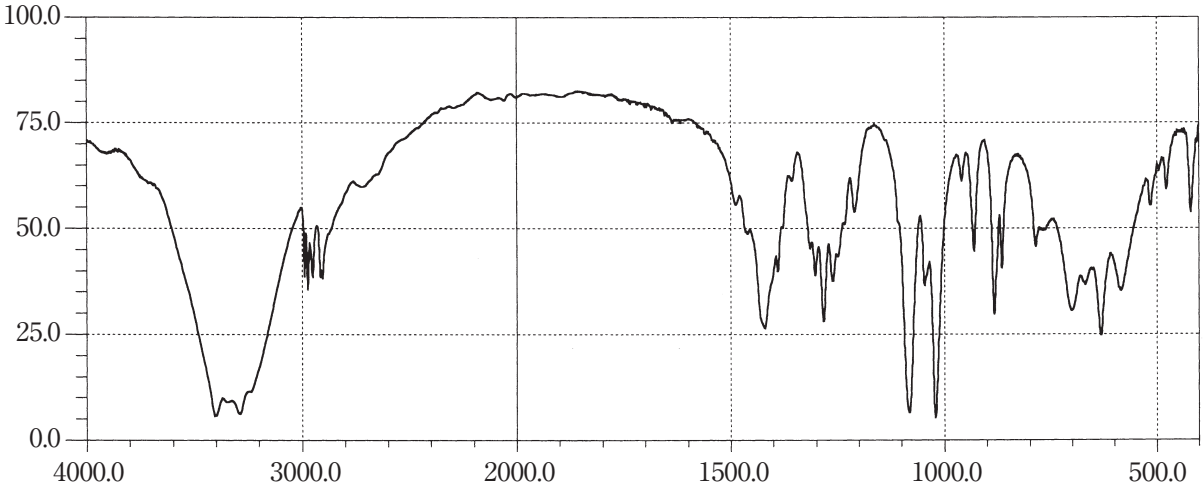
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

マプロチリン塩酸塩



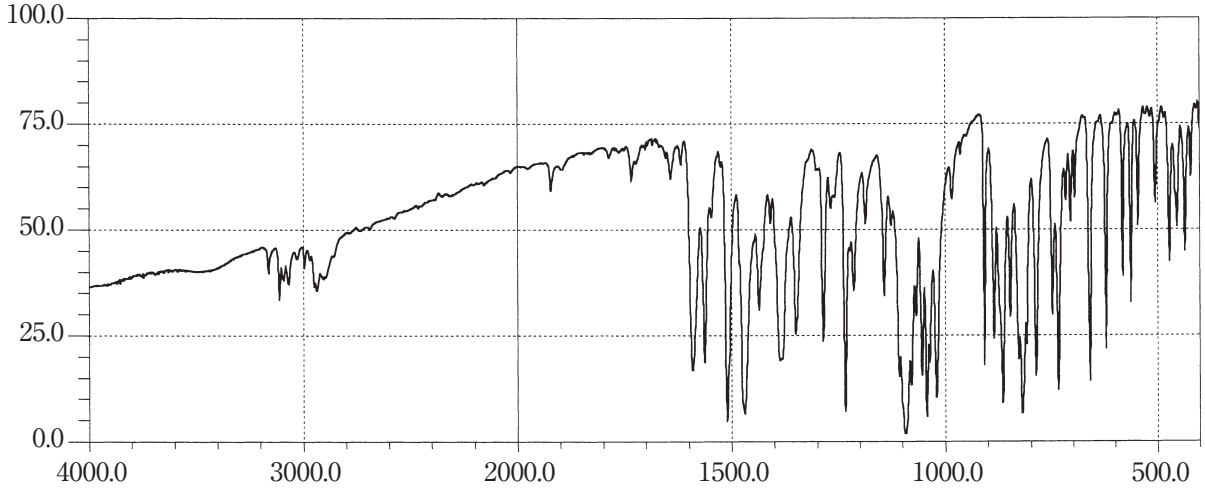
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

D-マンニトール



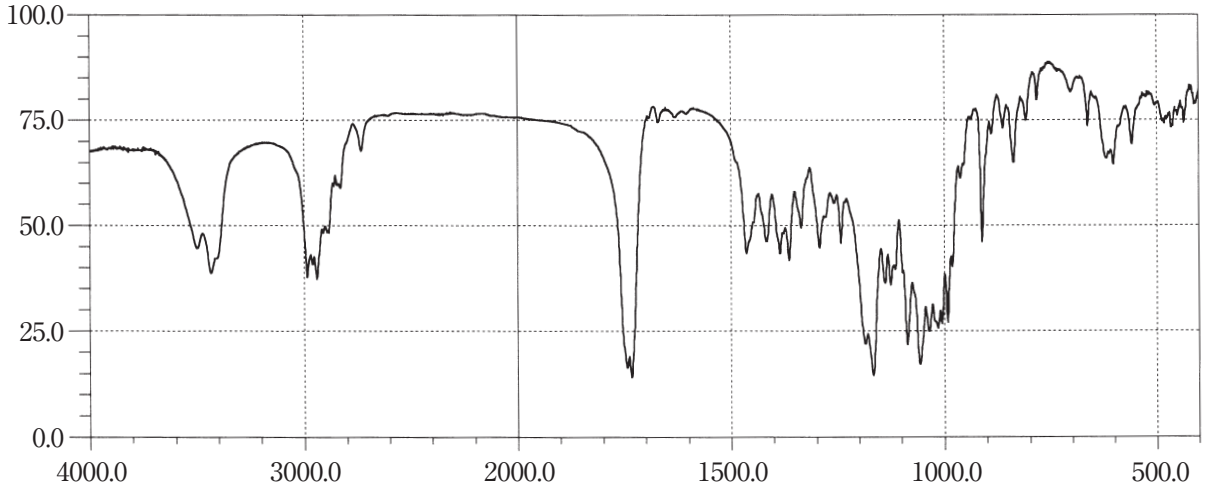
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ミコナゾール



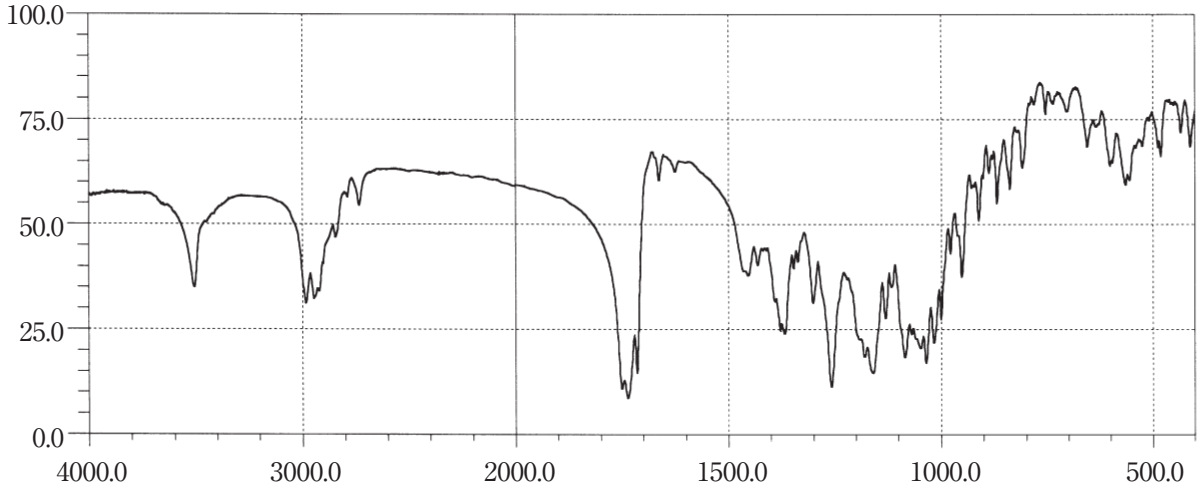
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ミデカマイシン



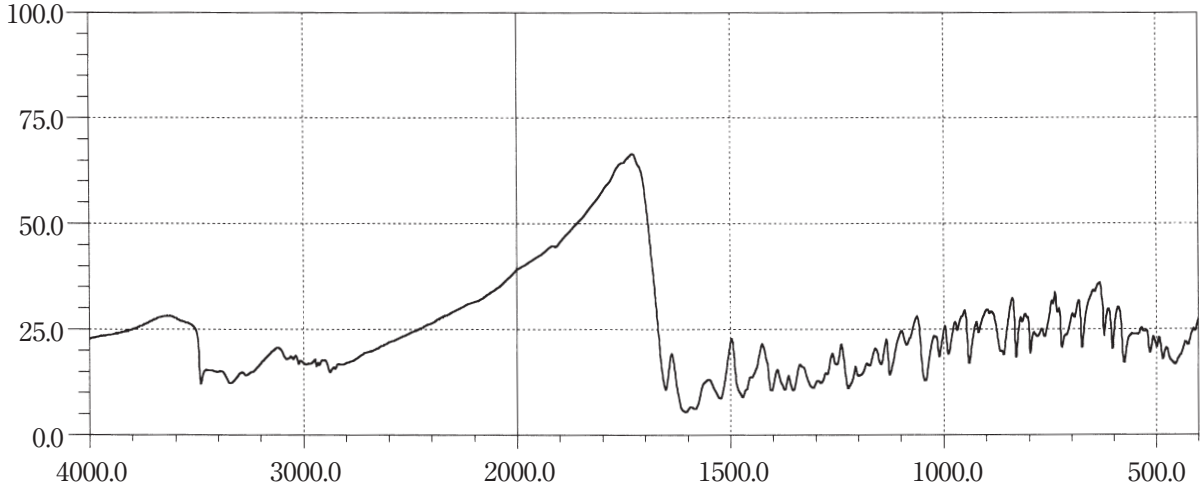
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ミデカマイシン酢酸エステル



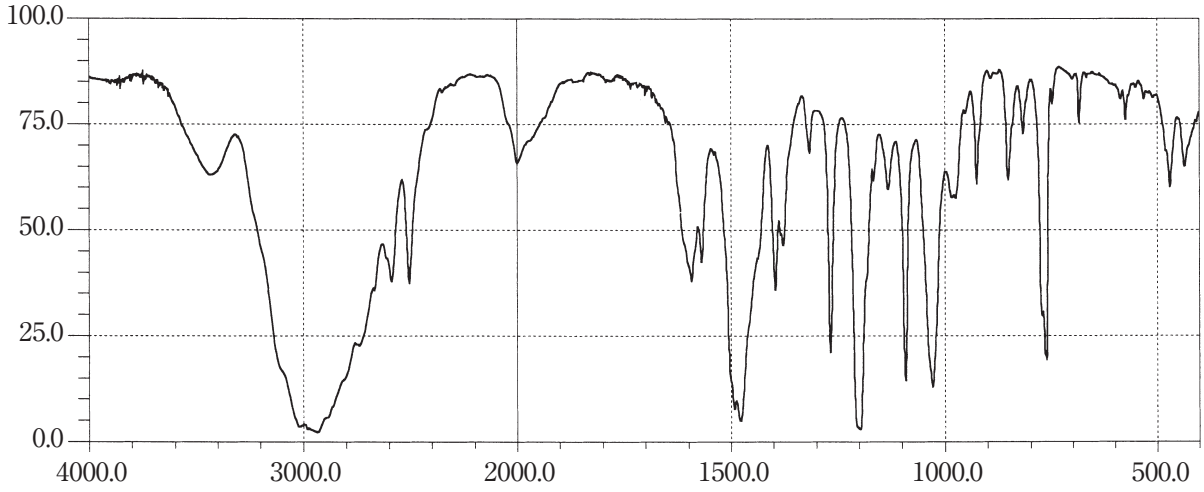
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ミノサイクリン塩酸塩



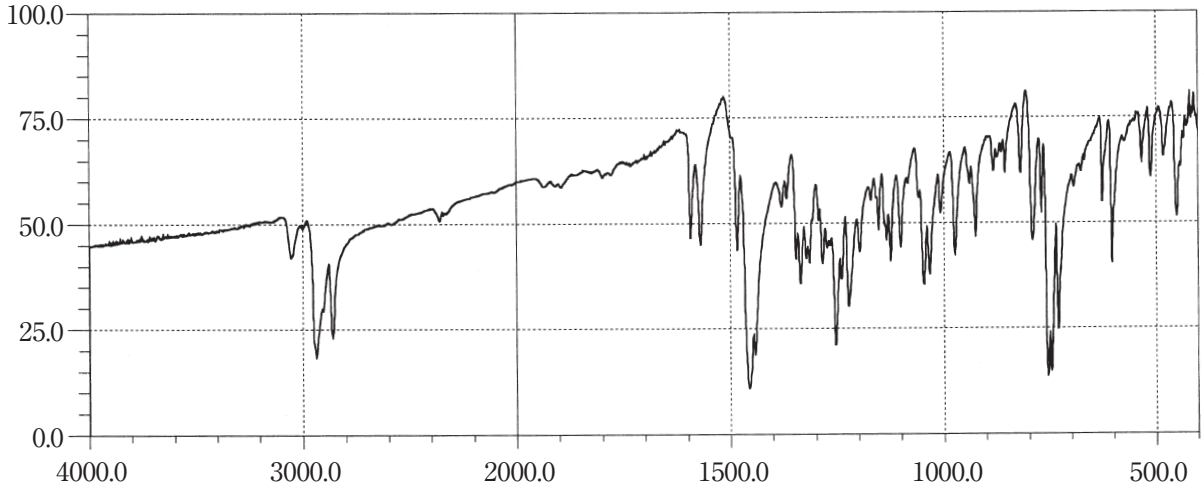
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

メキシレチン塩酸塩



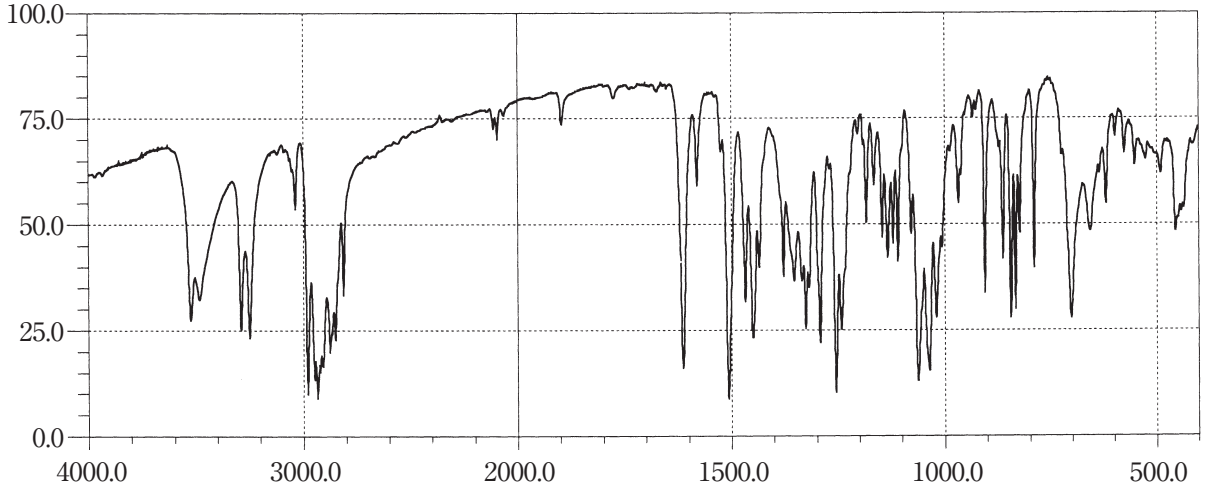
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メキタジン



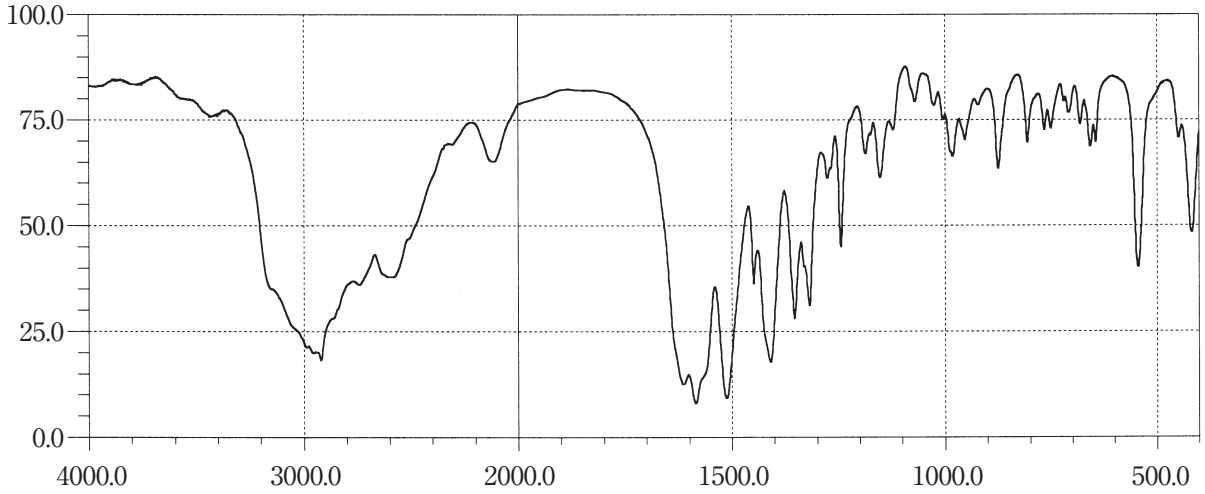
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メストラノール



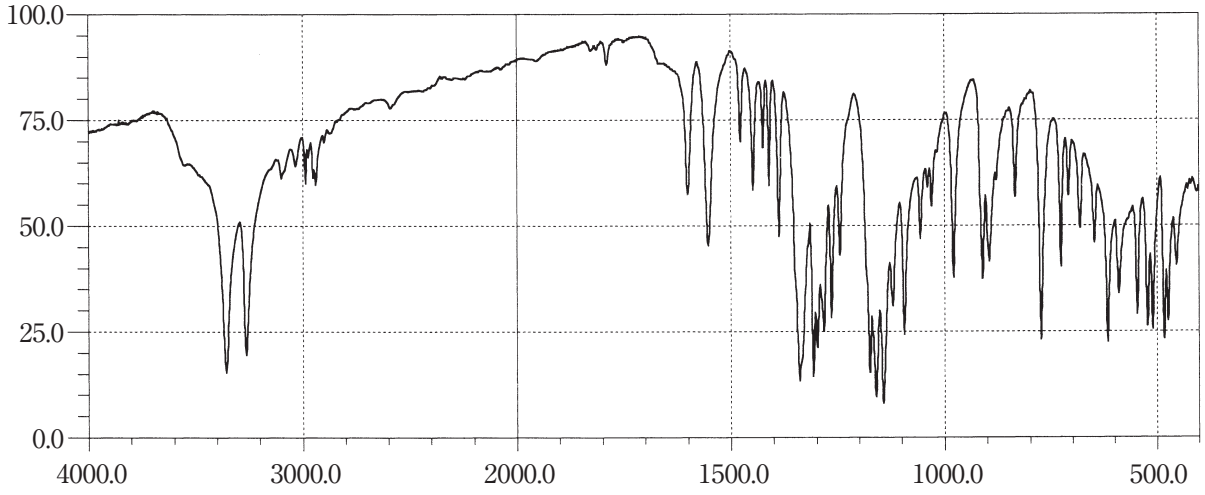
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-メチオニン



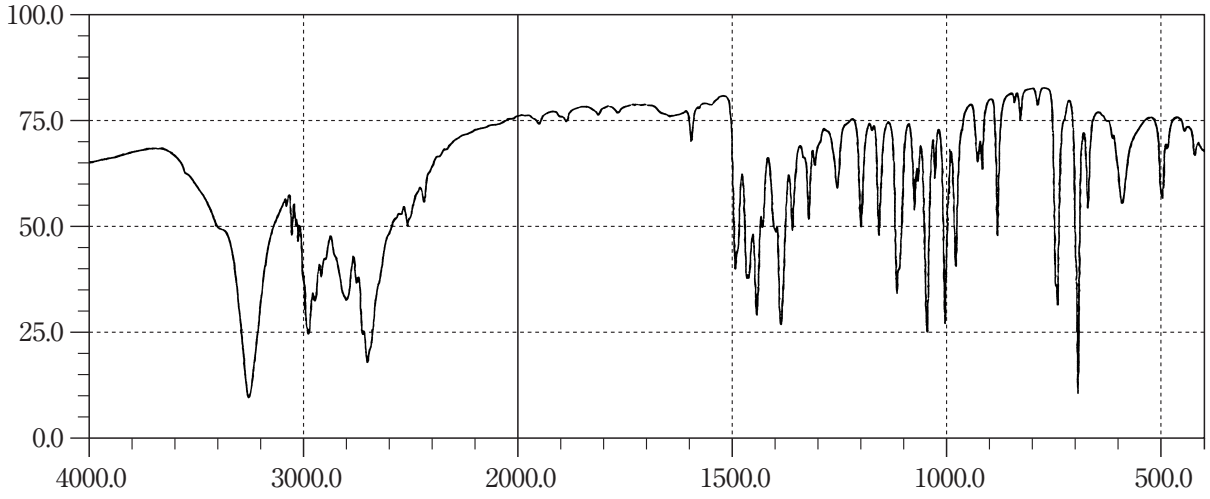
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メチクラン



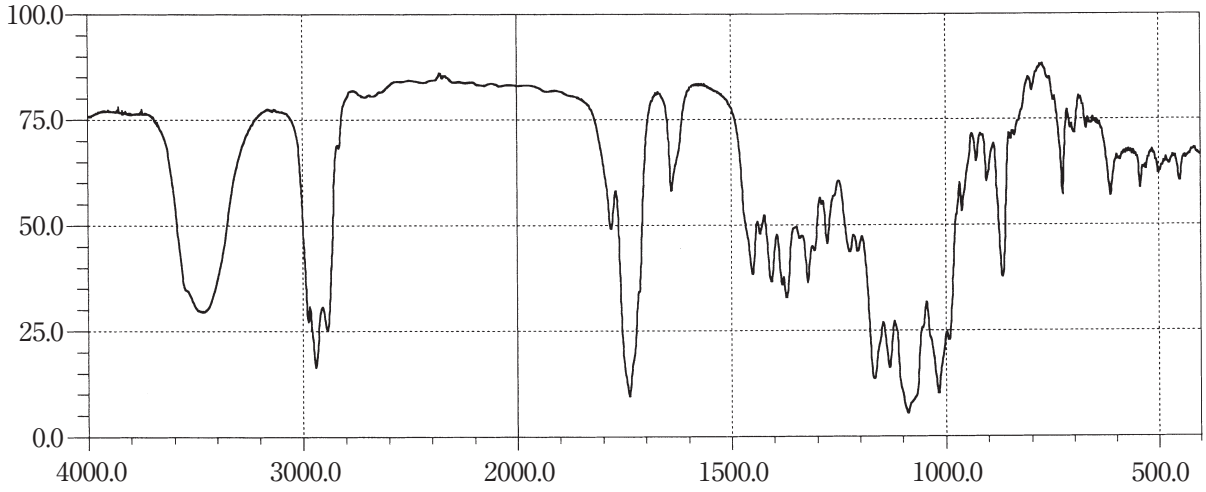
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

dl-メチルエフェドリン塩酸塩



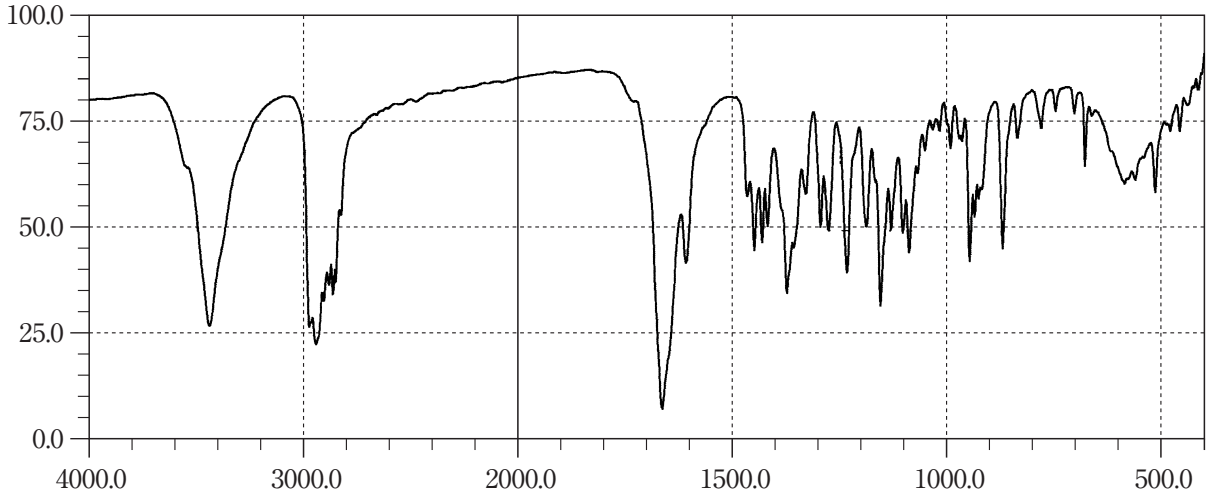
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

メチルジゴキシン



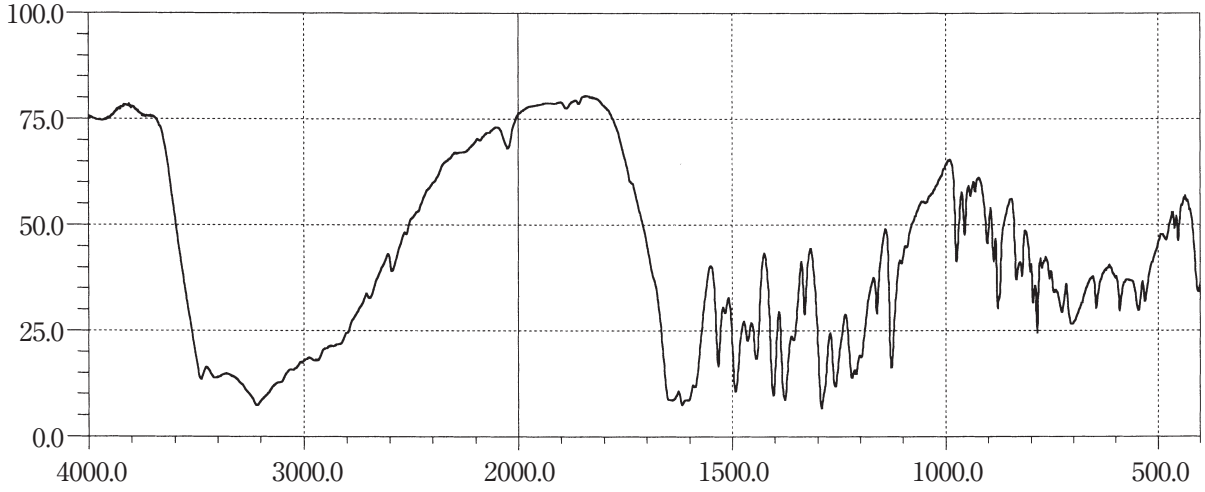
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メチルテストステロン



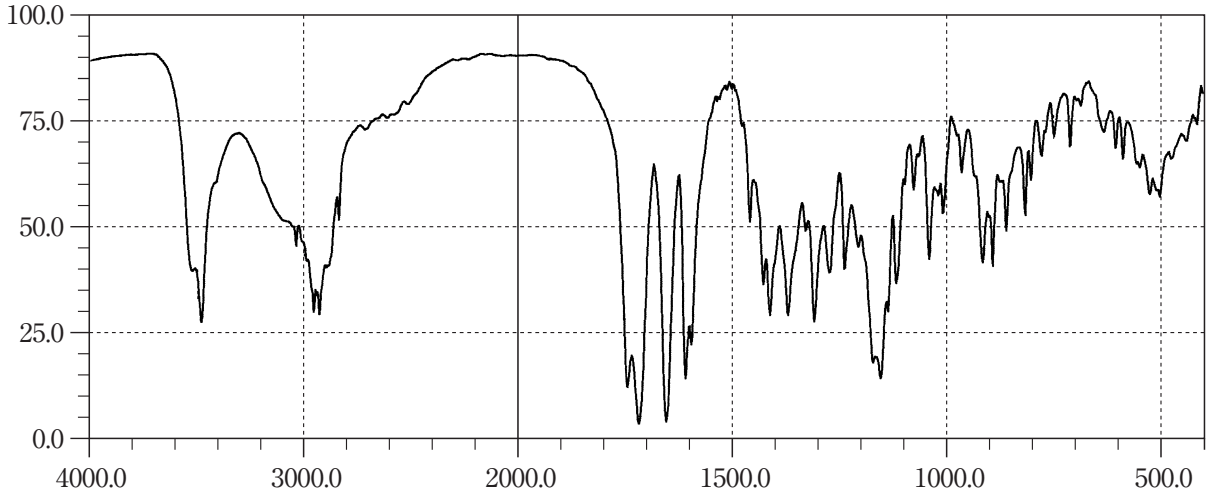
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メチルドパ水和物



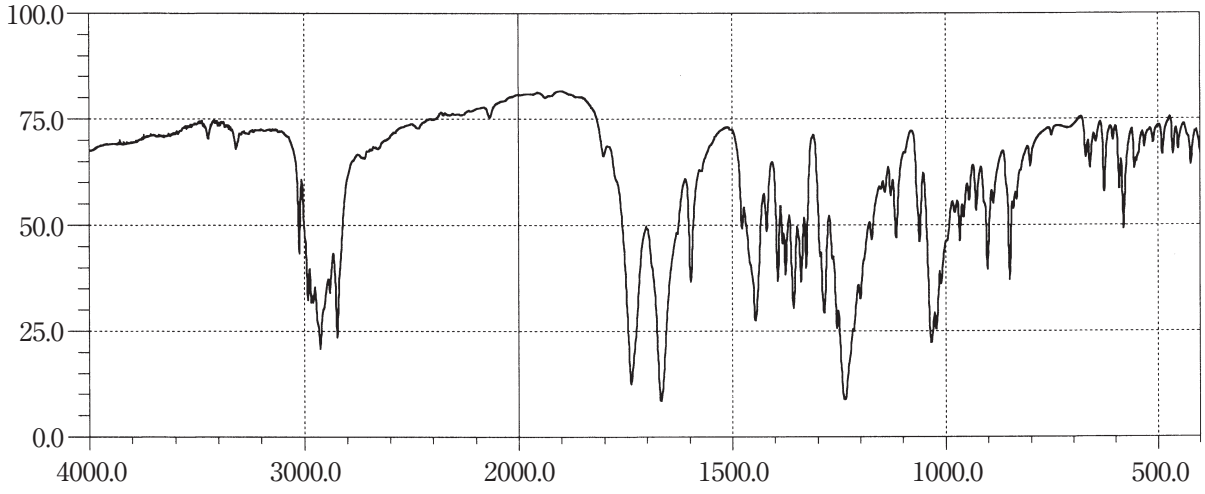
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル



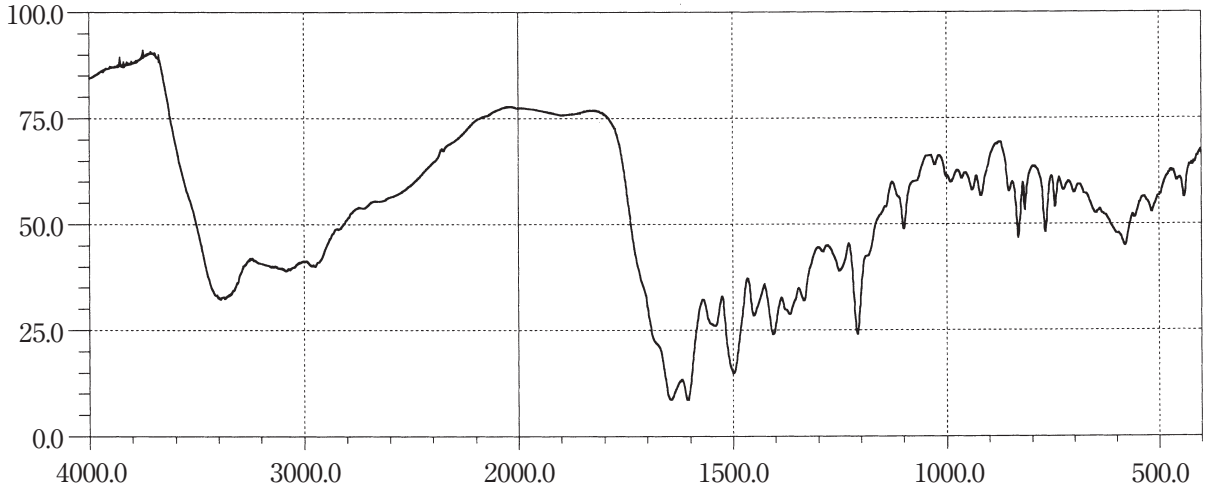
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メテノロン酢酸エステル



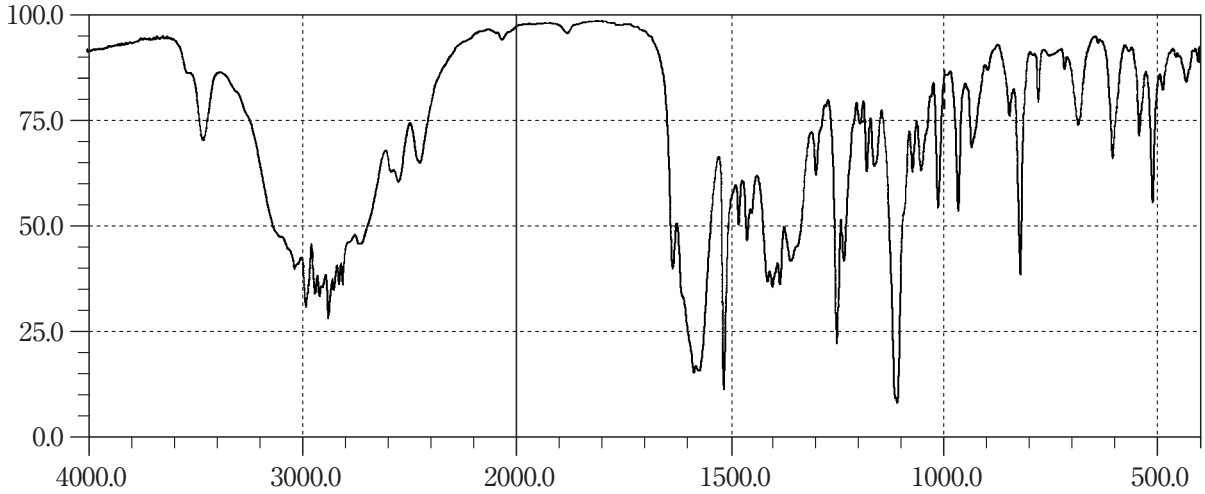
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メトトレキサート



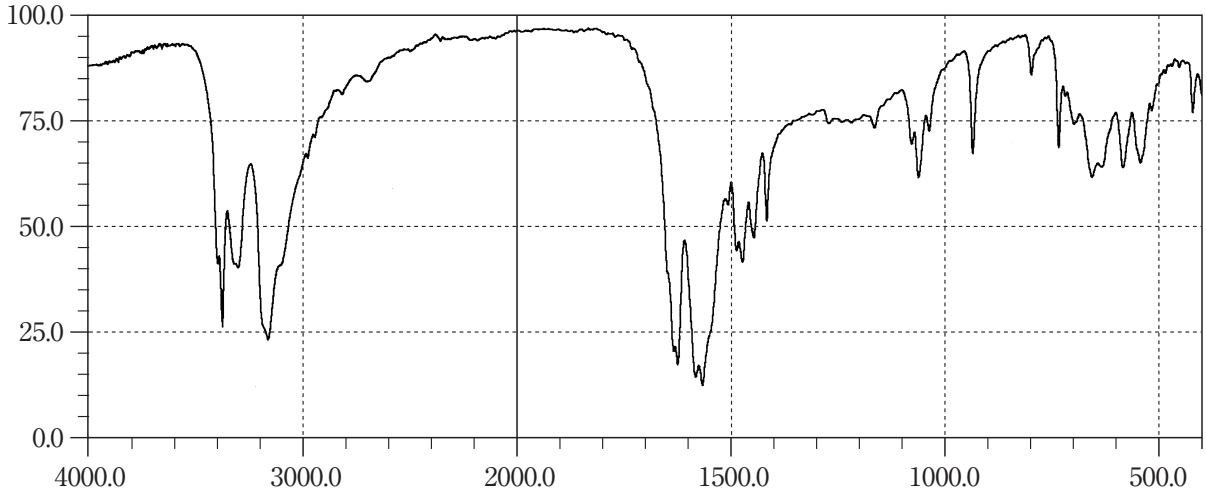
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メトプロロール酒石酸塩



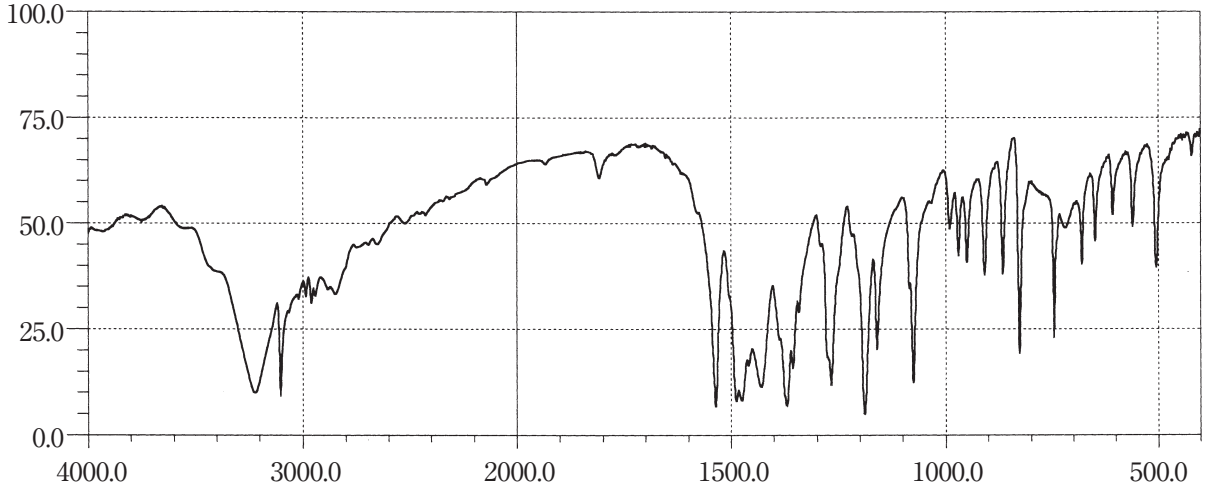
試料調製法：ペースト法

メトホルミン塩酸塩



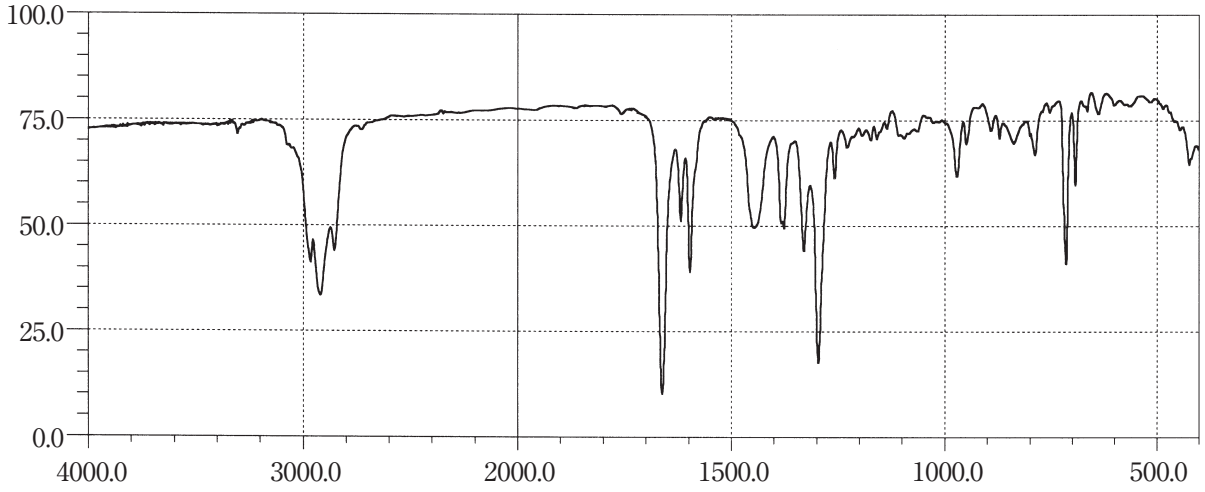
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

メトロニダゾール



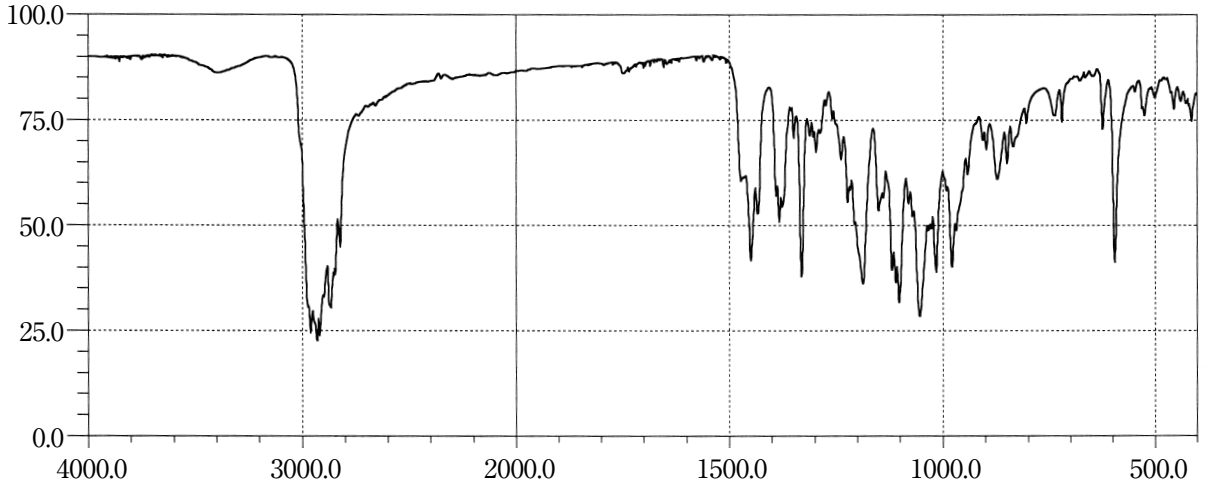
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メナテトレノン



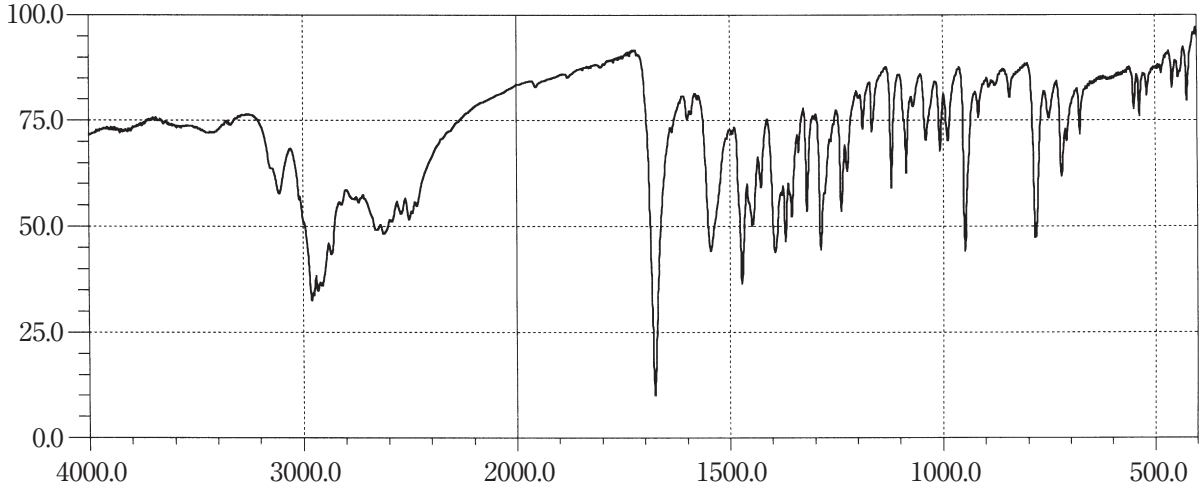
試料調製法：液膜法

メピチオスタン



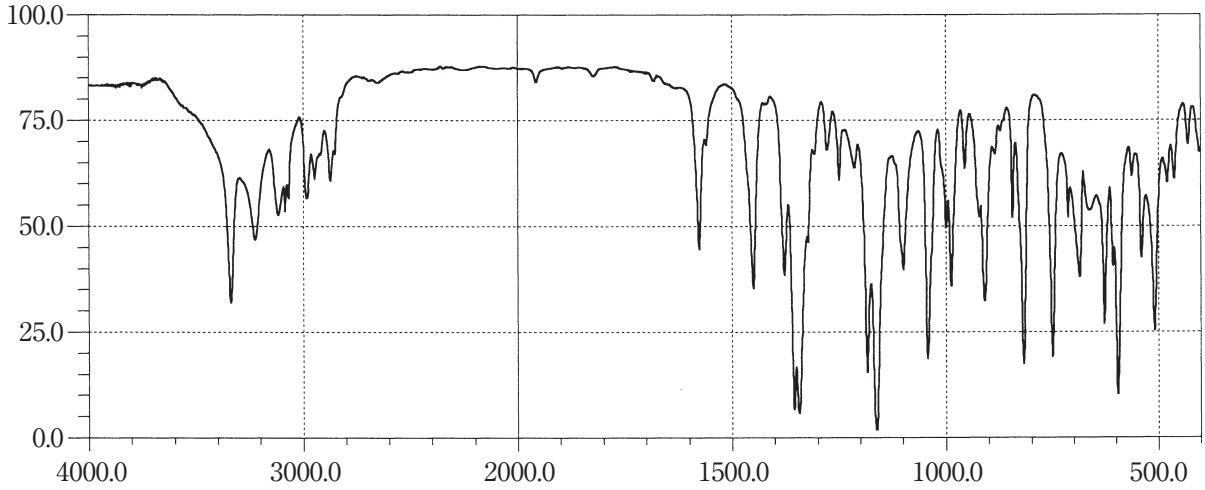
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メピバカイン塩酸塩



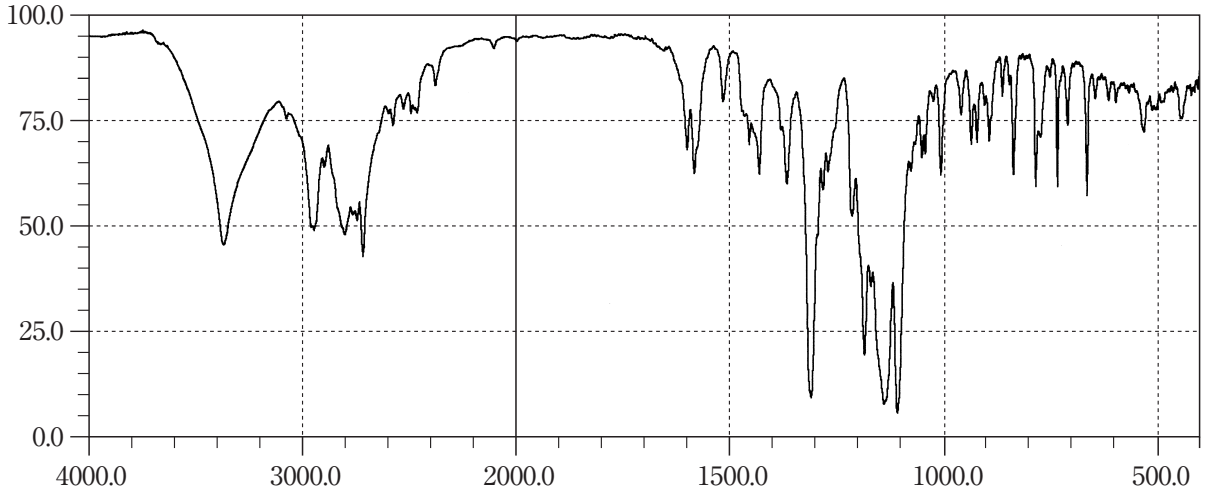
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

メフルシド



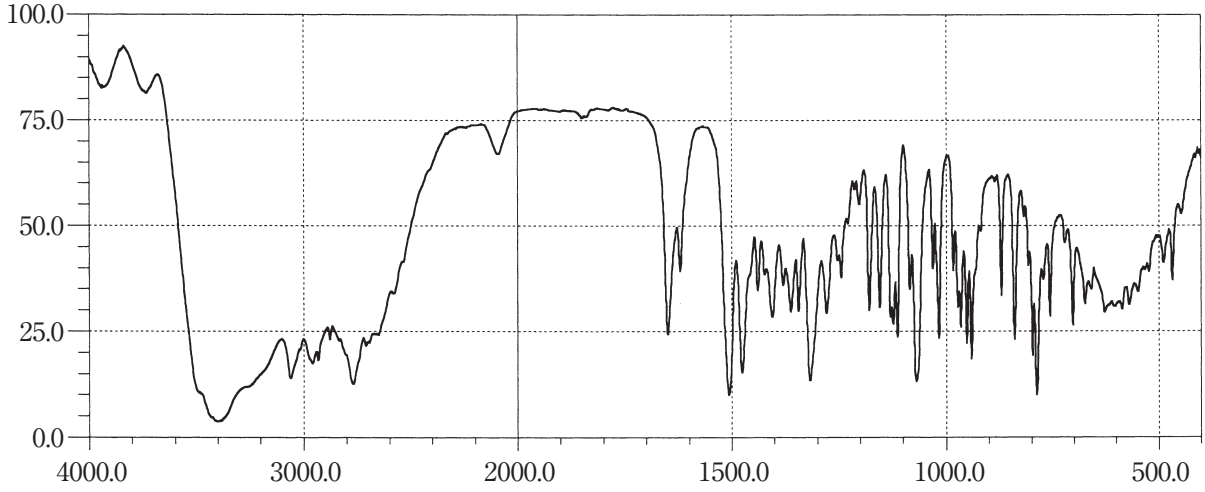
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

メフロキン塩酸塩



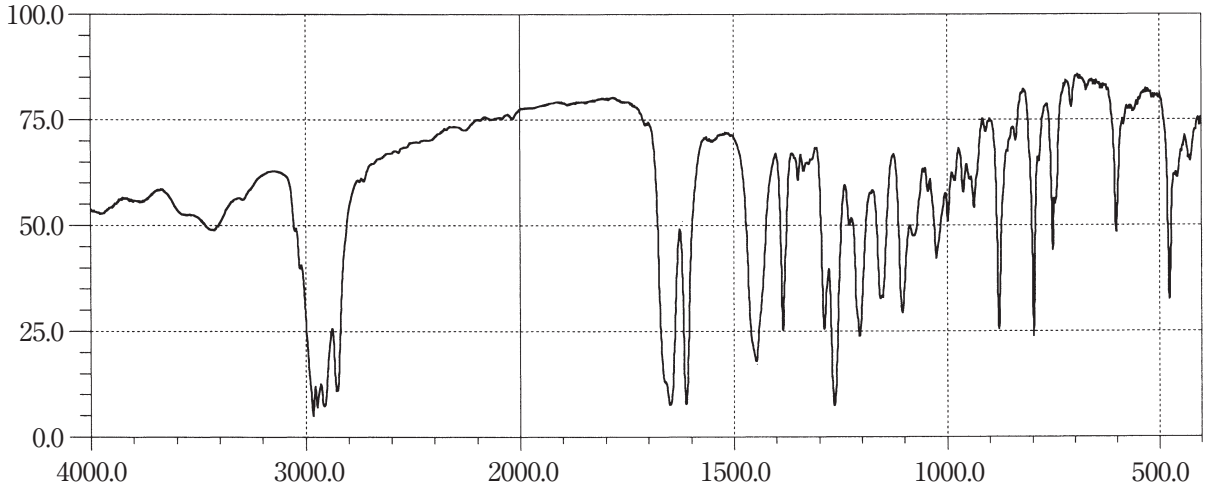
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

モルヒネ塩酸塩水和物



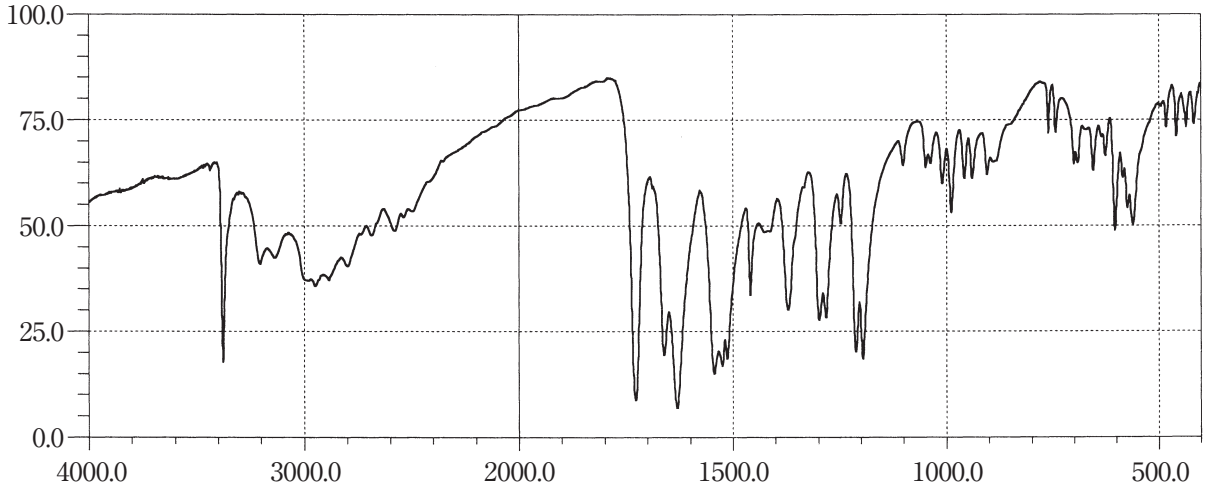
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ユビデカレノン



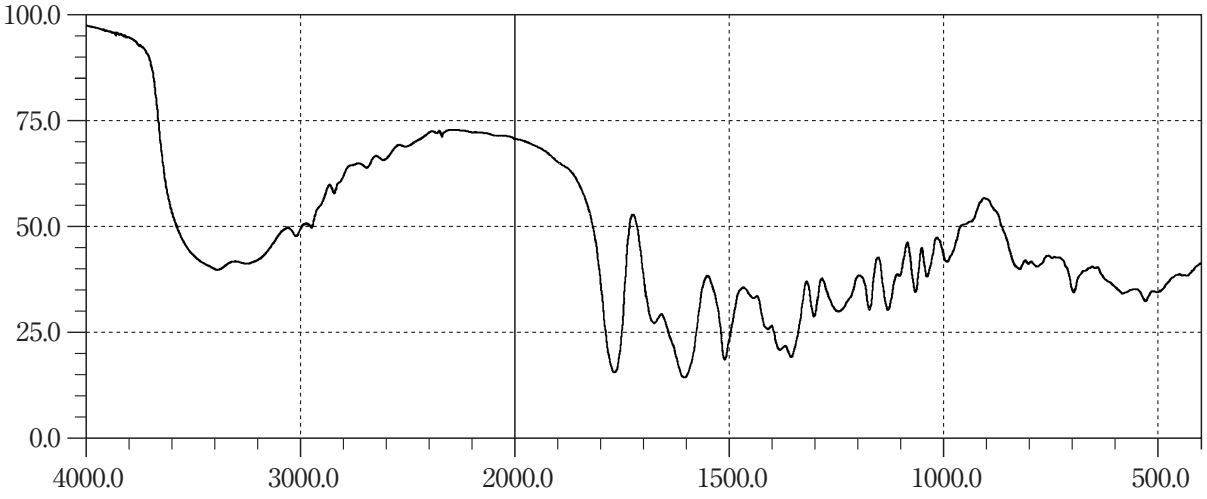
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ヨーダミド



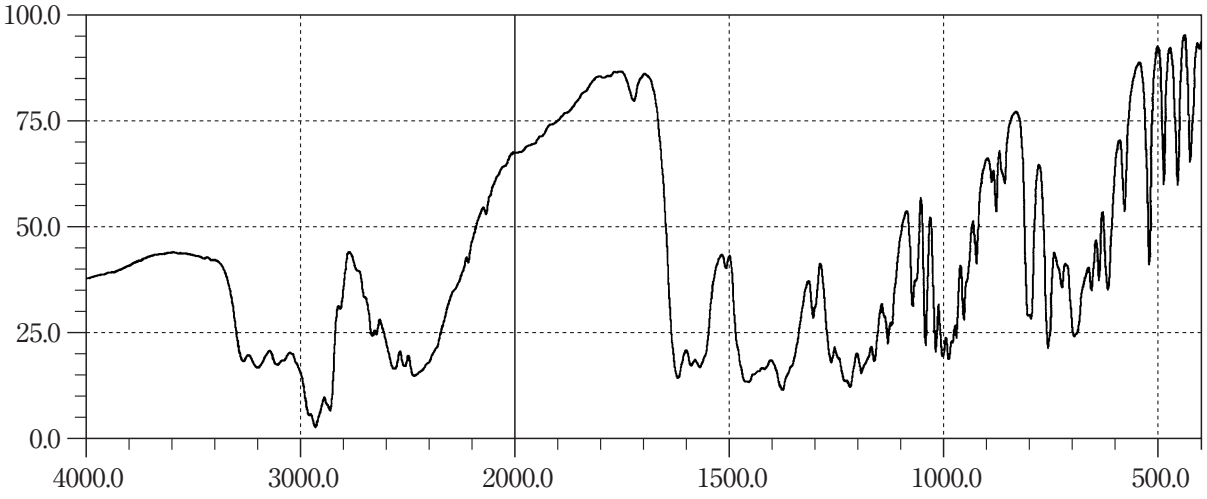
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ラタモキセフナトリウム



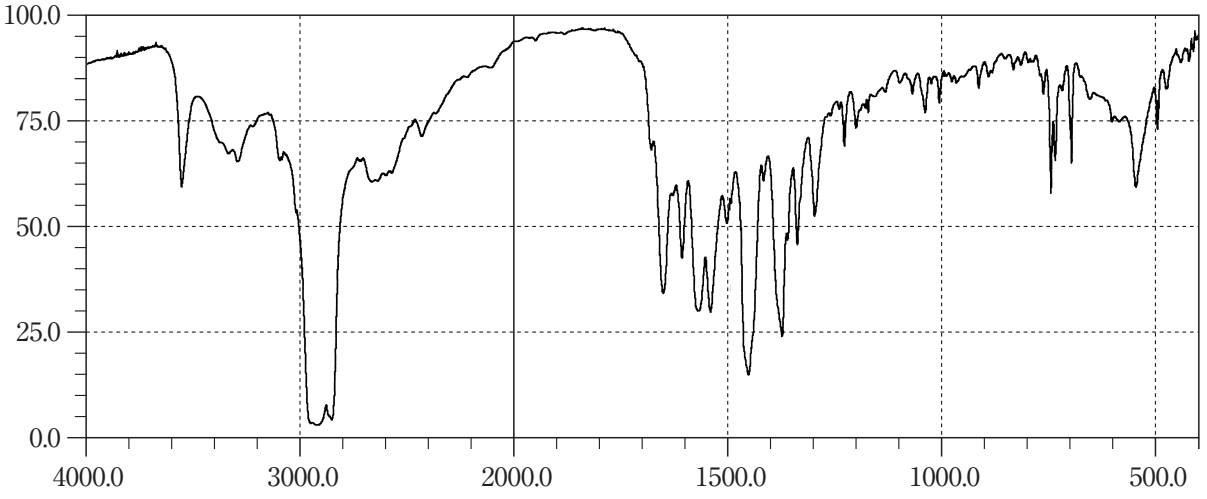
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ラニチジン塩酸塩



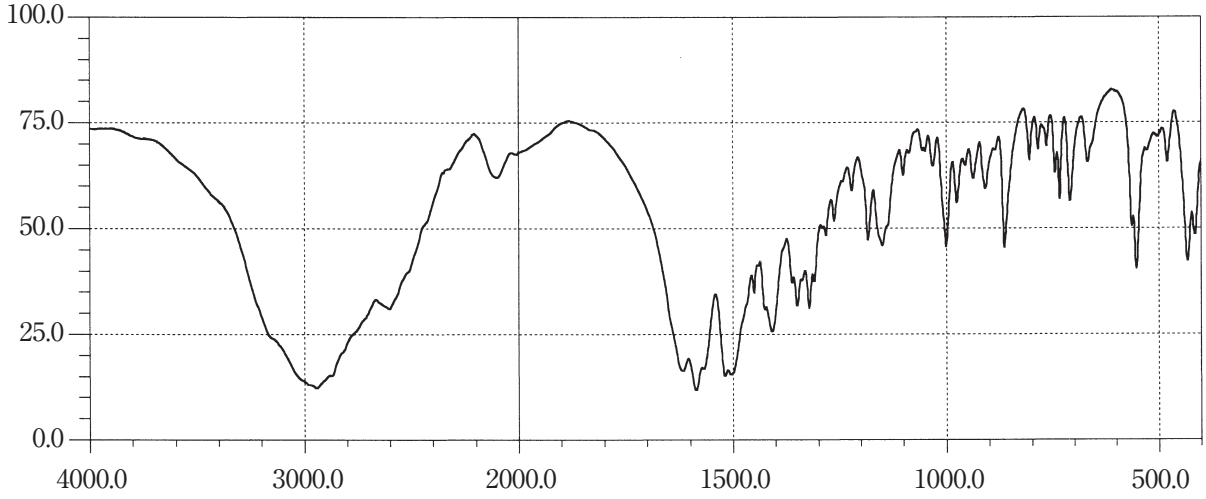
試料調製法：ペースト法

リシノプリル水和物



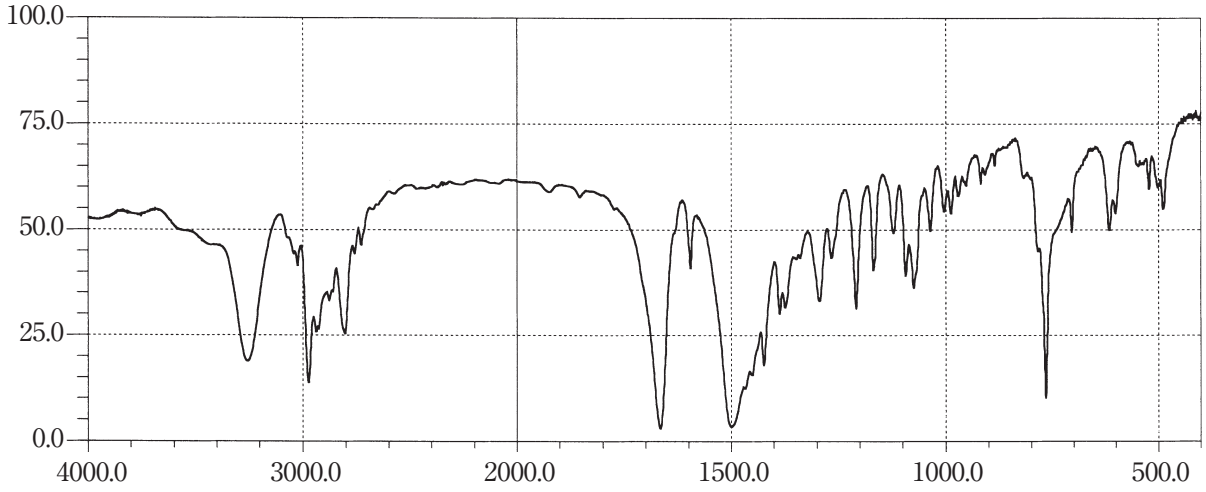
試料調製法：ペースト法

L-リジン塩酸塩



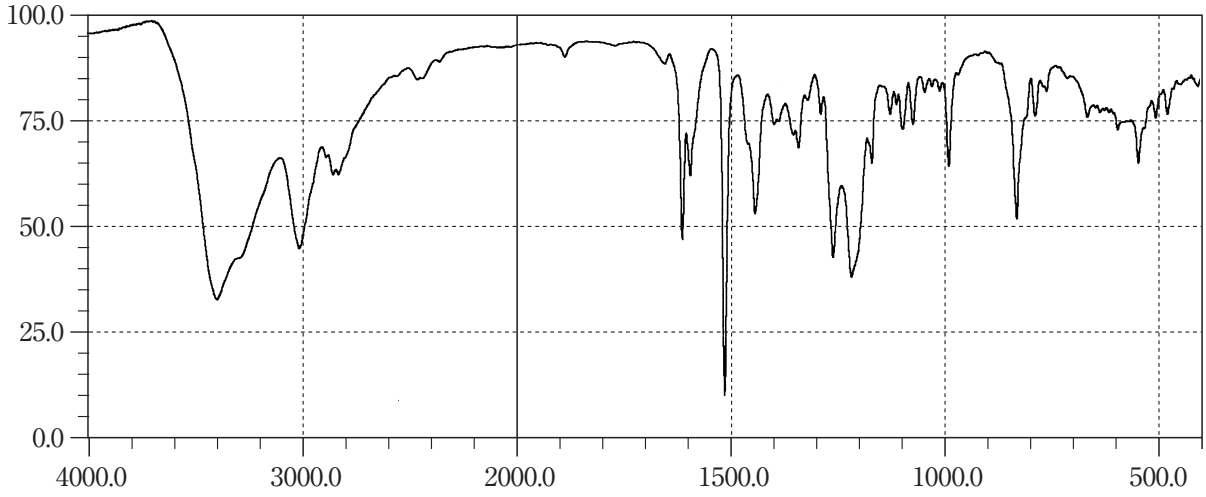
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

リドカイン



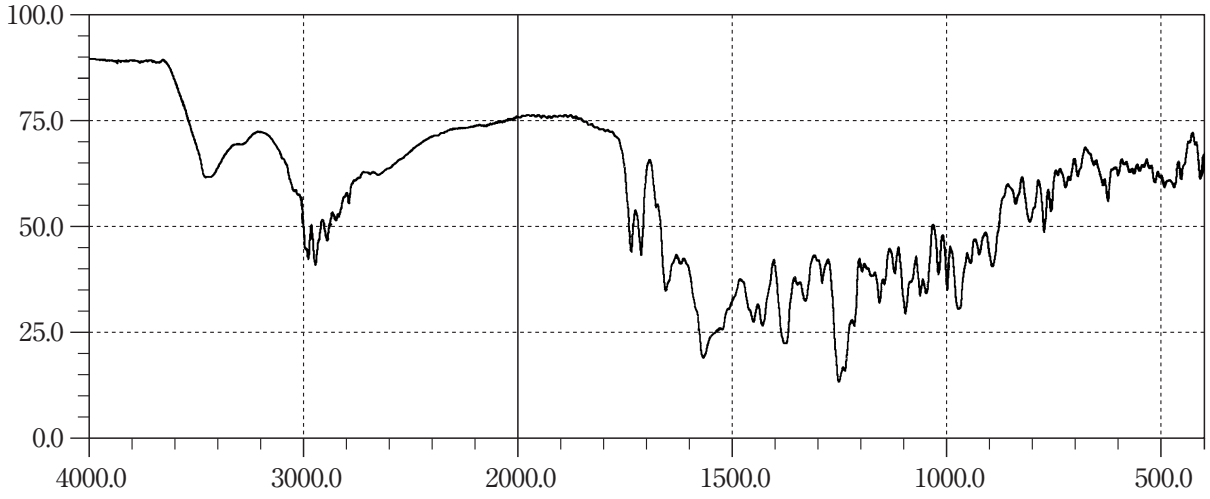
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

リトドリン塩酸塩



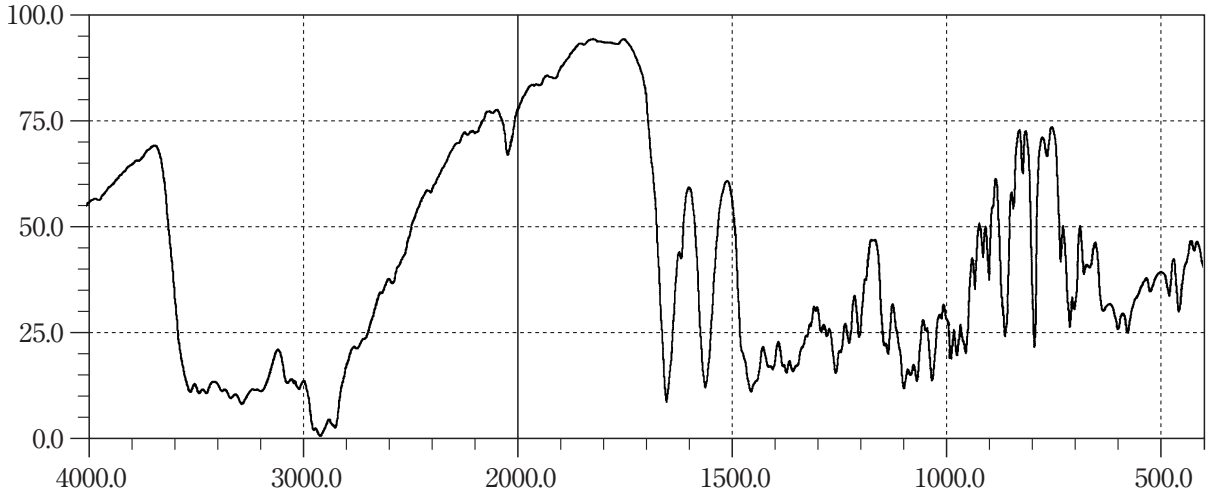
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

リファンピシン



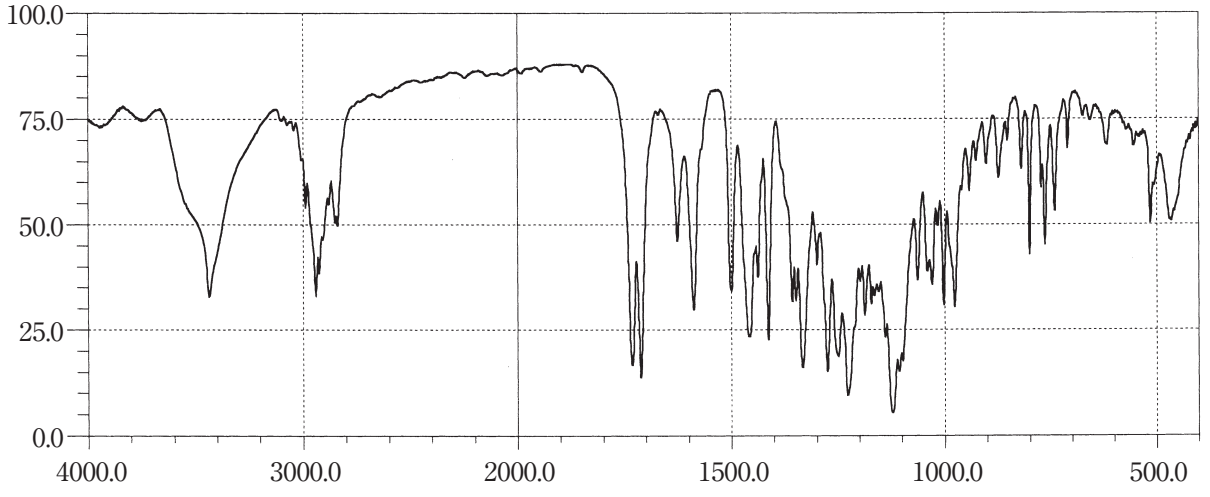
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

リンコマイシン塩酸塩水和物



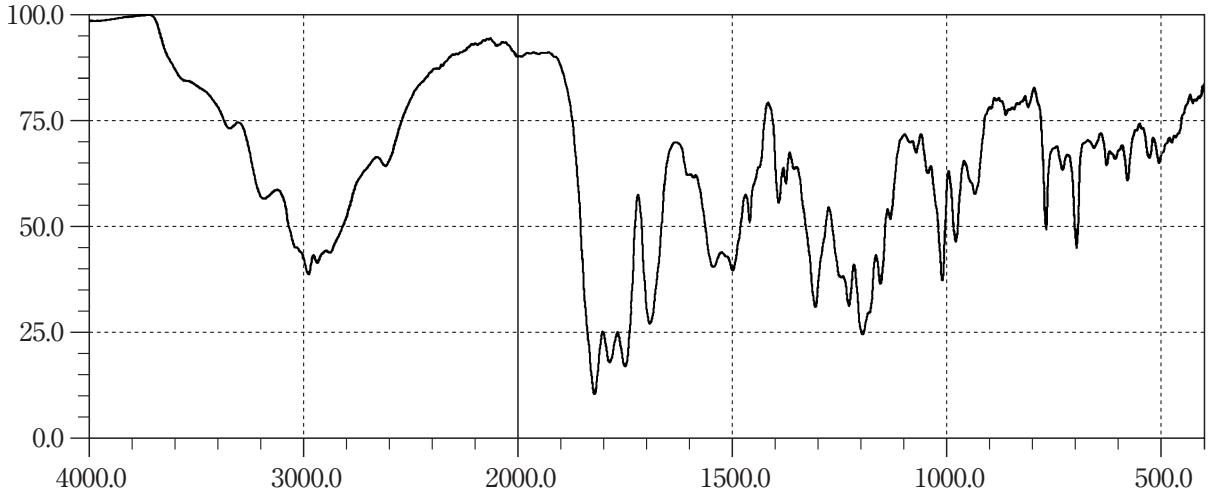
試料調製法：ペースト法

レセルピン



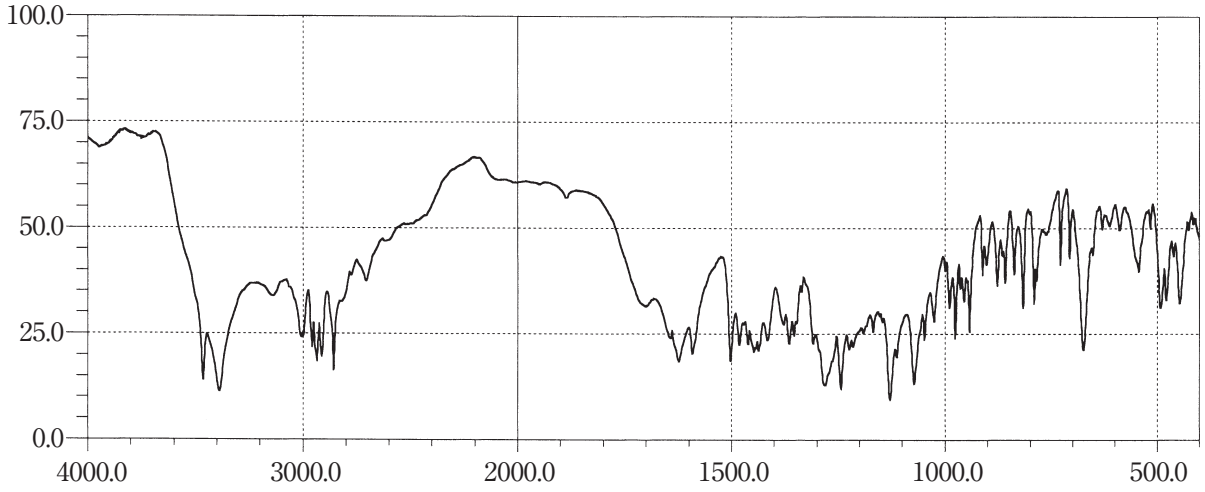
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

レナンピシリン塩酸塩



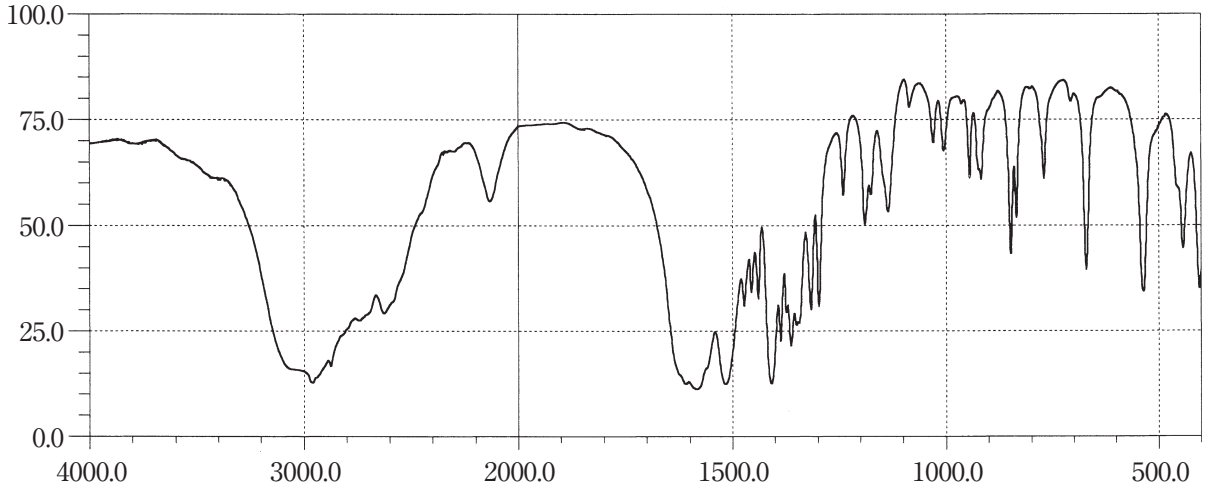
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

レバロルファン酒石酸塩



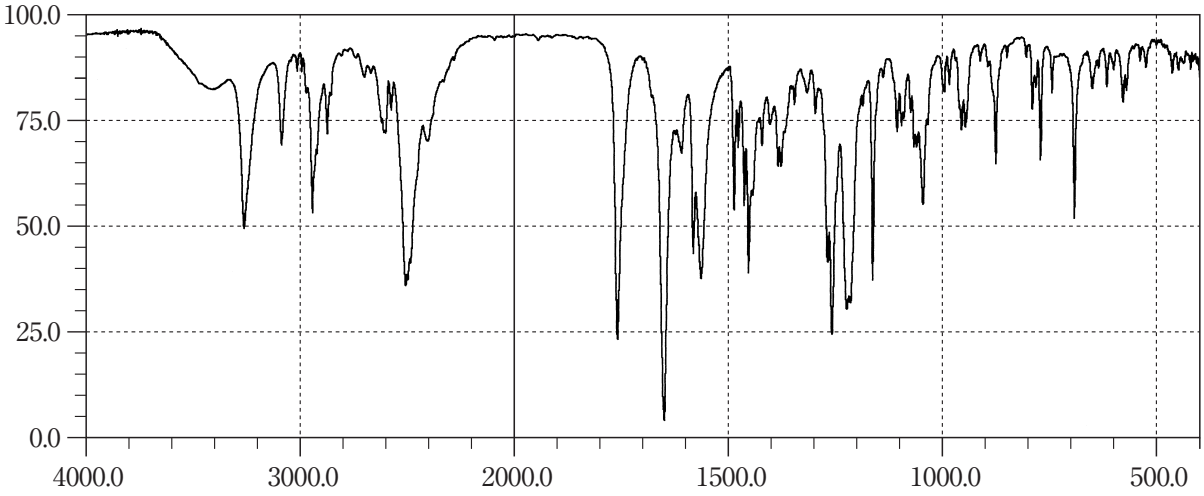
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

L-ロイシン



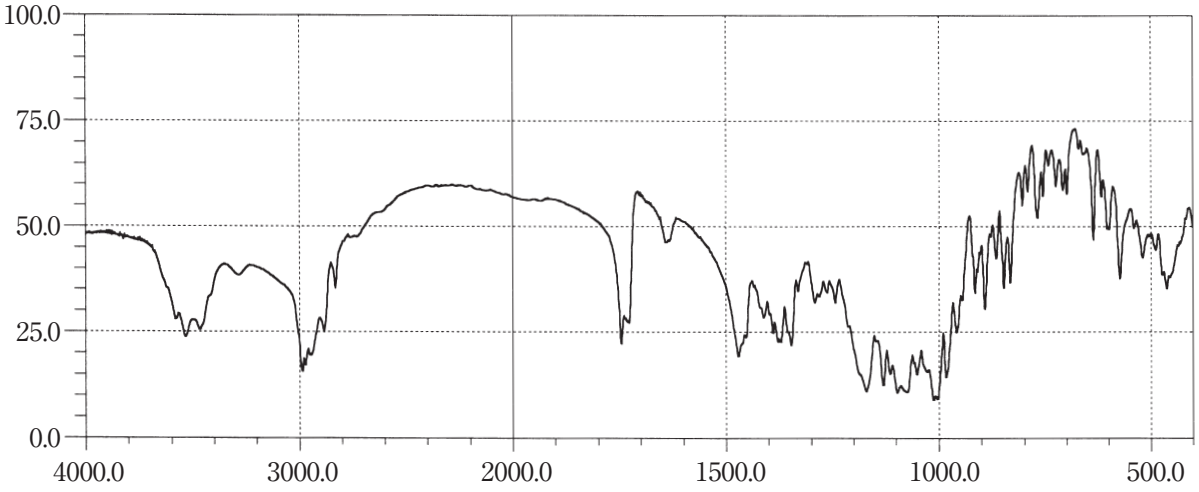
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩



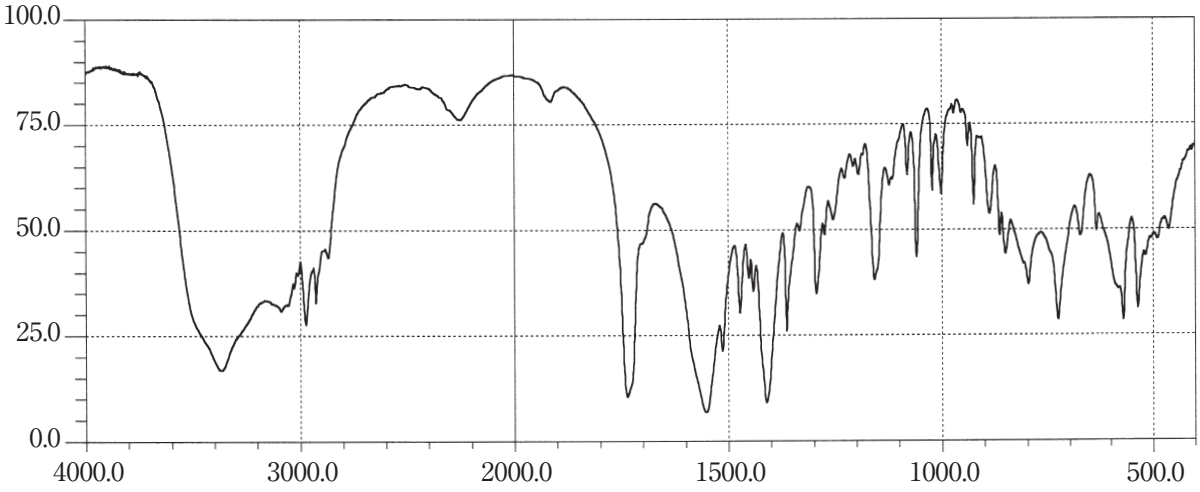
試料調製法：塩化カリウム錠剤法

ロキシスロマイシン



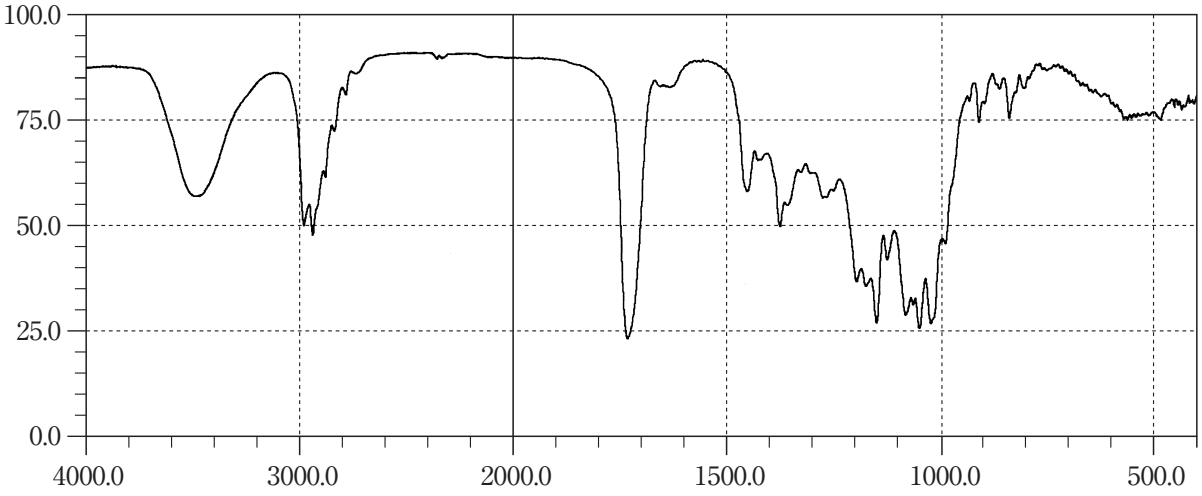
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ロキソプロフェンナトリウム水和物



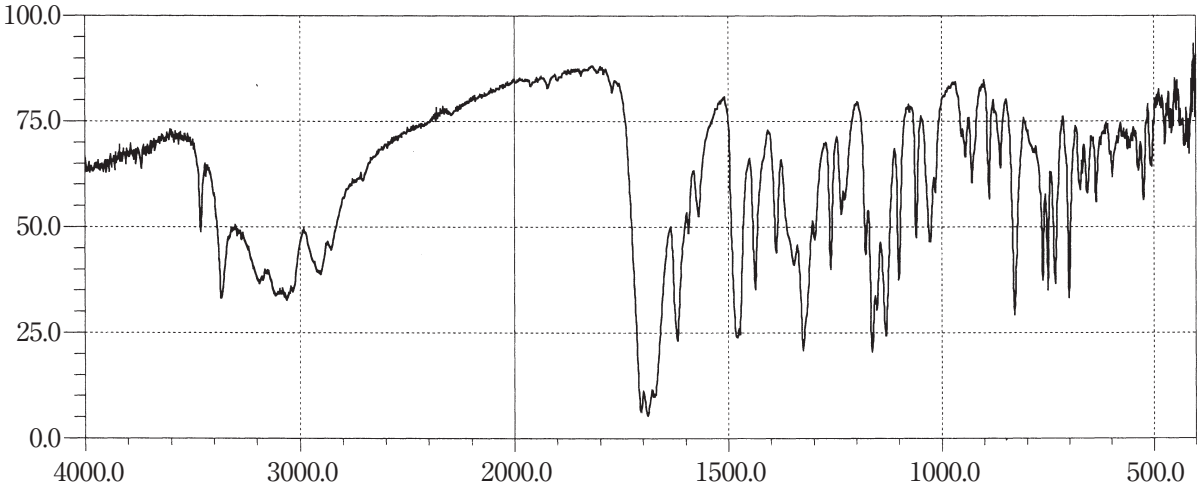
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ロキタマイシン



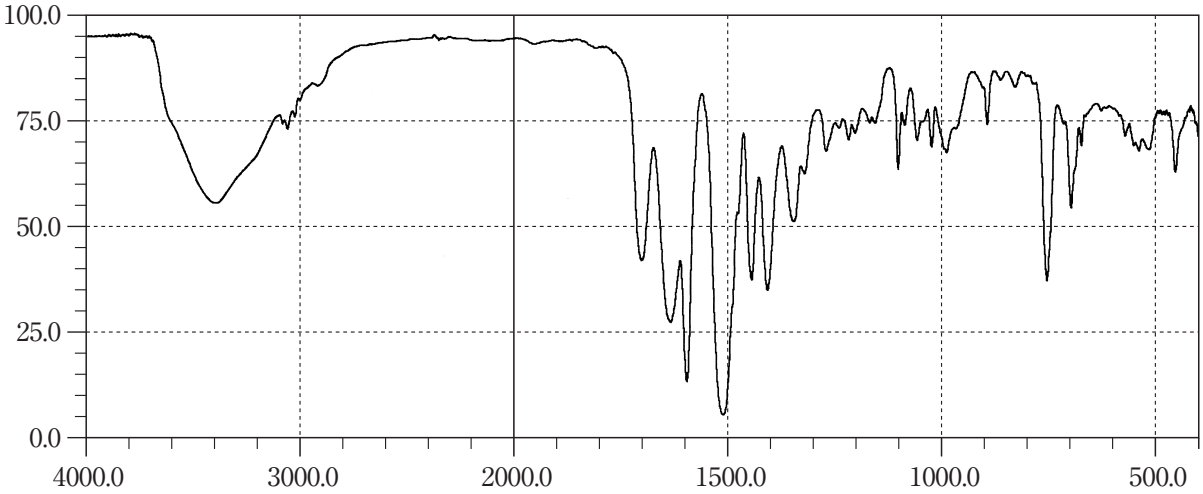
試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ロラゼパム



試料調製法：臭化カリウム錠剤法

ワルファリンカリウム



試料調製法：臭化カリウム錠剤法

参 考 情 報

参 考 情 報

1. アミノ酸分析法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

アミノ酸分析法は，たん白質，ペプチド，その他の医薬品のアミノ酸組成やアミノ酸含量を測定する方法をいう．たん白質及びペプチドはアミノ酸残基が共有結合で直鎖状に重合した高分子であり，そのアミノ酸配列はたん白質やペプチドの特性を規定している．たん白質は通常特定のコンフォメーションを持った折りたたみ構造をとる大きな分子と考えられる．一方，ペプチドは比較的小さな分子であり，2 ～ 3 個のアミノ酸で構成されていることもある．アミノ酸分析法は，たん白質やペプチドの定量，同定，構造解析に利用でき，ペプチドマップ法におけるペプチド断片の評価，たん白質やペプチド中の異常アミノ酸の検出などにも利用できる．分析する前にたん白質又はペプチドを各構成アミノ酸に加水分解する必要があるが，加水分解の後に行うアミノ酸分析操作は他の医薬品中の遊離アミノ酸の分析で行われている方法と同じであり，加水分解試料中のアミノ酸は一般に誘導体化して分析する．

装　置

アミノ酸分析に用いる方法論は通常，試料中のアミノ酸のクロマトグラフィーによる分離に基づいている．最近の技法は専らアミノ酸分析用に作られた自動クロマトグラフィー装置を利用している．アミノ酸分析装置は，基本的にはカラム上でアミノ酸を分離するための移動相勾配を作成できる低圧又は高圧液体クロマトグラフィー装置である．装置にはプレカラム誘導体化で分析する以外はポストカラム誘導体化機能を備えていなければならない．検出器は利用する誘導体化の方法によって異なるが，通常紫外可視検出器か蛍光検出器が用いられる．記録計（例えば，インテグレーター）は検出器からのシグナルをアナログ信号に変換し，定量できるものを用いる．使用する装置はアミノ酸分析専用のものが望ましい．

一般的注意

アミノ酸分析中，分析者は目立たないところでの汚染に常に注意を払う必要があり，高純度の試薬が必要となる（例えば，低純度の塩酸はグリシンの混入を招くことがある）．分析試薬類は高速液体クロマトグラフィー（HPLC）用溶媒類のみを使用し，数週間ごとに定期的に交換すべきである．混入の可能性のある微生物や溶媒中に存在する異物は使用する前にろ過して除き，ふたをした容器に保存し，分析装置は直射日光の当たらない場所に設置する．

実験のやり方がアミノ酸分析の質を左右する．装置は実験室内の人通りの少ない場所に設置し，室内は清潔に保つこと．ピペット類は保守手順書に従って清潔にし，調整すること．ピペットチップはふたのある箱に保管し，素手でチップをつまんだりしないこと．実験者はパウダーの付いていないラテックス製の手袋を着用すること．埃がグリシン，セリン及びアラニンの含量を増加させることがあるので，試料バイアルの開け閉めの回数は制限すること．

良好な分析結果を得るにはよく手入れされた装置が必要である．分析装置が日常的に使用されている場合には，漏れ，検出器・ランプの安定性，カラムの性能を毎日チェックする．装置のすべてのフィルター及びその他の点検箇所は規定の保守管理表に従って清掃あるいは交換する．

標準物質

分析に用いるアミノ酸の標準物質としては市販品が入手可能であり，通常，アミノ酸の混合水溶液となっている．アミノ酸組成を測定する場合，全体の操作が完全であることを示すために，たん白質又はペプチドの標準品/標準物質を対照として試料と共に分析する．この目的のためのたん白質としては高純度のウシ血清アルブミンが用いられる．

装置の校正

アミノ酸分析装置の校正は通常，標準アミノ酸混液を分析して行い，各アミノ酸の感度係数や測定範囲を調べる．標準アミノ酸混液の各アミノ酸濃度は既知であるので，校正に当たっては，用いる分析方法で直線関係が得られると思われる濃度範囲内のいくつかの異なる濃度に標準アミノ酸混液を希釈し，これらについて試験を繰り返す．得られた各アミノ酸のピーク面積を希釈液中の各アミノ酸の既知濃度に対してプロットする．この結果から，あるアミノ酸のピーク面積がアミノ酸濃度と直線関係にある濃度範囲を調べることができる．正確で再現性のある結果を得るには，使用する分析方法での分析限界以内（例えば，直線範囲内）にある濃度の試料を調製することが重要である．

各アミノ酸の感度係数を調べるには，4 ～ 6 種の濃度の標準アミノ酸について分析する．感度係数は標準液中に存在するアミノ酸 1 nmol 当たりの平均ピーク面積又は平均ピーク高さとして算出する．各アミノ酸の感度係数を校正ファイルに記録しておき，試料中のアミノ酸の算出に利用する．この計算はアミノ酸のピーク面積をそのアミノ酸の感度係数で除し，そのアミノ酸の nmol 数を求める．日常の分析では一点校正で十分である．しかしながら，校正ファイルは異常のないことを確認するために対照標準物質の分析によって十分に吟味され頻繁に更新されている必要がある．

再現性

一貫した良好な分析結果は試験の再現性に注意を払う実験室から得られるものである．HPLC によるアミノ酸又はその誘導体の分離では，各アミノ酸に対応する多数のピークがクロマトグラム上にみられる．ピークの数が多いため，保持時間でピークを同定したり，定量のためにピーク領域を積分したりすることのできる分析システムが必要となる．一般的な再現性の評価では，標準アミノ酸溶液を調製し，同一標準液を用いて多数回（例えば，6 回以上）分析を繰り返し，各アミノ酸の保持時間及びピーク面積の相対標準偏差（RSD）を求める．更に，実験者を変えた数日間にわたる複数回の測定で再現性の評価を行う．この場合，試料の取扱いに起因する変動も調べるため，標準液の希釈操作も毎回行う．標準たん白質（例えば，ウシ血清アルブミン）のアミノ酸組成の分析も再現性の評価の一部としてしばしば行われる．変動（すなわち，RSD）を評価することによって，その実験室から得られる分析値が管理されたものであることを確認するための限度値を設定することができる．最良の結果を得るためには，最も低い実際的な変動の限度値を設定することが望ましい．アミノ酸分析の変動を小さくするため

に注意すべき事柄には，試料の調製，試薬の品質や実験操作に起因するスペクトル妨害，装置の性能及び保守，データの解析とその解釈，実験者の技量や癖などがある．バリデーションは，関連するすべてのパラメーターについて十分に検討する．

試料調製

アミノ酸分析の正確な結果を得るためには精製されたたん白質又はペプチド試料が必要である．緩衝液組成（例えば，塩類，尿素，界面活性剤）は分析に影響を与えることがあるので，分析の前に試料から取り除く必要があるが，一般にポストカラム誘導体化法はプレカラム誘導体化法ほどにはこれらの物質の影響を受けない．汚染の可能性を減少させ，回収率を高め，労力を減少させるためには，試料の処理操作の回数を少なくする方がよい．たん白質試料から緩衝液成分を除去する一般的な方法には，1）逆相 HPLC 装置に試料を注入し，有機性の揮発性溶媒でたん白質を溶出させ，これを真空遠心分離で乾燥させる；2）揮発性の緩衝液又は水に対して透析する；3）緩衝液を遠心限外ろ過で揮発性の緩衝液又は水に置き換える；4）有機溶媒（例えば，アセトン）でたん白質を沈殿させる；5）ゲルろ過，などがある．

内標準物質

アミノ酸分析中での物理的及び化学的損失及び変化をチェックするために，内標準物質を用いることが推奨される．加水分解の前にたん白質溶液に正確な既知量の内標準物質を添加すると，たん白質溶液からのアミノ酸の一般的な回収率が内標準物質の回収率から得られる．しかし，たん白質中のアミノ酸の遊離又は分解の速度には違いがあるため，遊離アミノ酸の加水分解中の挙動はたん白質に含まれるアミノ酸と同じではない．したがって，加水分解中に生じる損失を補正するために内標準物質を用いるとき，信頼できる結果が得られないことがある．結果を解釈するとき，この点を考慮に入れる必要がある．試料の分析ごとの差異及び試液の安定性や流量の変動を補正するために加水分解後のアミノ酸混液に内標準物質を添加することもできる．理想的には，内標準物質は市販品として入手可能で安価な自然界に存在しない α–アミノ酸がよい．しかも，加水分解に対して安定でなければならず，シグナル強度も濃度と直線関係にあり，他のアミノ酸と重ならない保持時間を持っていることが必要である．一般的に用いられる内標準物質にはノルロイシン，ニトロチロジン又は α–アミノ酪酸がある．

たん白質の加水分解

たん白質及びペプチドのアミノ酸分析にはこれら試料の加水分解が必要である．加水分解用のガラス器具には誤った結果を避けるために極力清浄にしたものを使用する必要がある．加水分解管壁面の指紋や手袋のパウダーは汚染の原因となる．ガラス製加水分解管は，1 mol/L 塩酸中で 1 時間煮沸するか，硝酸又は塩酸/硝酸混液（1：1）に浸して洗浄する．洗浄した加水分解管は高純度の水で洗い，更に HPLC 用メタノールで洗う．その後，乾燥器で一夜乾燥し，使用するまで覆いをして保存する．ガラス容器を 500 ℃ で 4 時間乾熱して汚染物を除去してもよい．適当な使い捨ての実験用器具を用いることもできる．

酸加水分解は，アミノ酸分析の前にたん白質試料を加水分解する最も一般的な方法である．この加水分解方法はいくつかのアミノ酸を完全に又は部分的に破壊するため，分析結果に変動をもたらすことがある．トリプトファンは破壊され，セリンとトレオニンは一部破壊され，メチオニンは酸化され，システインは一般にシスチンとして回収される（ただし，シスチンの一部は破壊されたりシステインに還元されるため，通常その回収率は低い）．加水分解容器の内部を適切な真空度（0.0267 kPa 以下）にするか不活性ガス（アルゴン）で置換すると酸化による破壊を抑えることができる．イソロイシンやバリンを含むペプチド結合のうち，Ile–Ile，Val–Val，Ile–Val 及び Val–Ile のアミド結合は一部しか切断されず，アスパラギンとグルタミンは脱アミド化されてそれぞれアスパラギン酸とグルタミン酸になる．酸加水分解中にトリプトファン，アスパラギン及びグルタミンは消失するため，定量できるのは 17 種のアミノ酸に限られる．以下に述べる加水分解法のいくつかはこれらの問題に対処するために利用する．また，この加水分解法のいくつか（すなわち，方法 4 ～ 11）はシステイン，メチオニン，アスパラギン，グルタミンを他のアミノ酸に変換させる方法である．したがって，酸加水分解以外の方法を用いる前に，その方法を用いることの利点と問題点をよく比較検討しておく．

一部が破壊されるアミノ酸やペプチド結合の開裂が遅いアミノ酸の濃度を分析するために，時間経過に沿った試験（すなわち，酸加水分解時間 24，48 及び 72 時間での分析）がしばしば行われる．不安定なアミノ酸（すなわち，セリンとトレオニン）の測定濃度を加水分解時間に対してプロットし，得られた直線を時間ゼロに外挿することによりそれらの濃度を決定することができる．時間経過に沿った加水分解試験は開裂の遅いアミノ酸（例えば，イソロイシンやバリン）に対しても用いられ，これらのアミノ酸の濃度がプラトーに達した点を調べ，これをこれらのアミノ酸の濃度とする．加水分解時間が長くなりすぎるとこのアミノ酸の濃度は減少しはじめるが，これはこの加水分解条件で分解することを示している．

時間経過に沿った試験方法に代わる方法として，標準アミノ酸を試料と同一条件で加水分解する方法がある．加水分解において，遊離アミノ酸はペプチド又はたん白質中の不安定なアミノ酸の分解速度を完全には再現できない．このことは特に開裂の遅いペプチド結合（例えば，Ile–Val 結合）についていえる．しかし，この方法によって破壊されるアミノ酸の量を測定することができる．マイクロ波による酸加水分解が利用されている．この方法は迅速ではあるが，特別な機器と注意が必要である．マイクロ波加水分解での至適条件はそれぞれの試料たん白質又はペプチドについて調べる必要がある．一般にこの方法での処理時間はわずか数分間であるが，1 分間の変動でも適切な結果をもたらさない（例えば，不安定なアミノ酸の不完全な加水分解や破壊）．数種のプロテアーゼを用いた完全たん白質消化も利用されているが，これは処理が複雑で，厳密な調節が必要である．そのため，一般にはたん白質よりもペプチドに適用される．

注：未知たん白質を初めて分析するときには，異なる加水分解時間や温度条件で実験して至適条件を決定する．

方法 1

フェノールを含む塩酸を用いた酸加水分解がたん白質又はペプチドの加水分解に用いられる最も一般的な方法である．フェノールの添加はチロジンのハロゲン化を防止する．

加水分解液　フェノールを 0.1 ～ 1.0 % 含む 6 mol/L 塩酸．

操作法

液相加水分解　試料たん白質又はペプチドを加水分解管に入れ，乾燥する．（注：試料中の水分で加水分解用の塩酸が希釈されないように，試料を乾燥する．）凍結乾燥たん白質 500 μg 当たり加水分解液 200 μL を加え，ドライアイス－アセトン浴中で凍結させた後，減圧下で管を熔封する．酸化を防ぐため，通常 110 ℃ で 24 時間，減圧下又は不活性ガス置換下で試料を加水分解する．たん白質が完全に加水分解されない懸念がある場合は，長時間の加水分解（例えば，48，72 時間）についても調べる．

気相加水分解　この方法は最も一般的な酸加水分解法の一つであり，試料が少量しか入手できない場合の微量分析に適している．塩酸からの試料の汚染も本法を用いることによって最小限に抑えられる．乾燥した試料の入ったバイアル瓶を適当量の加水分解液を入れた容器の中に置く．このとき，加水分解液が試料の入ったバイアル瓶に入らないように注意する．容器の内部を不活性ガスで置換するか減圧（0.0267 kPa 以下）にして，約 110 ℃ で 24 時間加熱する．気体状の酸が乾燥試料を加水分解する．試料バイアル瓶中での酸の凝結は最小限にする．加水分解後，試料を減圧乾燥して残留する酸を除く．

方法 2

加水分解によるトリプトファンの酸化は，メルカプトエタンスルホン酸を酸に用いることで減少させることができる．

加水分解液　2.5 mol/L メルカプトエタンスルホン酸溶液．

気相加水分解　試料たん白質又はペプチド約 1 ～ 100 μg を加水分解管に入れ，乾燥する．この加水分解管を加水分解液約 200 μL を入れたより大きなガラス管の中に入れ，この管を減圧（約 0.0067 kPa）下で熔封し，加水分解液を気化させる．これを 170 ～ 185 ℃ で約 12.5 分間加熱する．加水分解後，加水分解管を減圧下で 15 分間乾燥し，残留する酸を除く．

方法 3

加水分解によるトリプトファンの酸化はチオグリコール酸を還元剤として用いることによって防げる．

加水分解液　10 % トリフルオロ酢酸，20 % チオグリコール酸及び 1 % フェノールを含む 7 mol/L 塩酸溶液．

気相加水分解　試料たん白質又はペプチド約 10 ～ 50 μg を試料管中で乾燥する．この試料管を加水分解液約 200 μL を入れたより大きなガラス管の中に入れ，この管を減圧（約 0.0067 kPa）下で密封してチオグリコール酸を気化させ，166 ℃ で約 15 ～ 30 分間加熱する．加水分解後，試料管を減圧下で 5 分間乾燥し，残留する酸を除く．この方法によるトリプトファンの回収率は用いる試料の量に依存する．

方法 4

たん白質の加水分解に先立ち，過ギ酸を用いてシステイン/シスチン及びメチオニンを酸化する．

酸化液　ギ酸と 30 % 過酸化水素を 9：1 で混ぜ，1 時間室温に放置する．用時，調製する．

操作法　試料たん白質又はペプチドをギ酸 20 μL に溶かし，50 ℃ で 5 分間加熱した後，酸化液 100 μL を加え，10 ～ 30 分間放置する．この反応で，システインはシステイン酸に，メチオニンはメチオニンスルホンに変換される．過剰の試薬は真空遠心分離して試料から除く．ハロゲン化合物が存在するとチロジンの修飾が起こる．過ギ酸酸化したたん白質は方法 1 又は方法 2 で加水分解する．

方法 5

システイン/シスチンの酸化はアジ化ナトリウムを用いた液相加水分解中に行われる．

加水分解液　0.2 % のフェノールを含む 6 mol/L 塩酸にアジ化ナトリウムを最終濃度 0.2 w/v% になるように加える．フェノールはチロジンのハロゲン化を防止する．

液相加水分解　試料たん白質又はペプチドを約 110 ℃ で 24 時間加水分解する．この加水分解中に，試料中のシステイン/シスチンは加水分解液に含まれるアジ化ナトリウムによってシステイン酸に変換される．この方法は方法 4 よりもチロジンの回収率はよいが，メチオニンは定量的に回収されない．メチオニンは一部が酸化されて，メチオニンスルホキシド及びメチオニンスルホンに変わる．

方法 6

システイン/シスチンの酸化はジメチルスルホキシドで行われる．

加水分解液　0.1 ～ 1.0 % のフェノールを含む 6 mol/L 塩酸にジメチルスルホキシドを最終濃度 2 vol% になるように加える．

気相加水分解　試料たん白質又はペプチドを約 110 ℃ で 24 時間加水分解する．この加水分解中に，試料中のシステイン/シスチンは加水分解液に含まれるジメチルスルホキシドによってシステイン酸に変換される．ばらつきを少なくし，部分破壊を補正する方法として，1 ～ 8 mol のシステインを含む標準たん白質を酸化的加水分解して得られるシステイン酸の回収率を調べることが推奨される．たん白質又はペプチドの加水分解物からの回収率は，加水分解していないシステイン酸標準品からの回収率より一般に約 30 % 低い．ヒスチジン，メチオニン，チロジン及びトリプトファンも修飾されるので，本法では完全なアミノ酸組成分析は行えない．

方法 7

システイン/シスチンの還元及びアルキル化は気相ピリジルエチル化反応で行われる．

還元液　ピリジン 83.3 μL，4-ビニルピリジン 16.7 μL，トリブチルホスフィン 16.7 μL 及び水 83.3 μL を適当な容器にとり，混和する．

操作法　試料たん白質又はペプチド（1 ～ 100 μg）を加水分解管にとり，この管をより大きなガラス管の中に入れる．大きいガラス管の中に還元液を入れ，減圧（約 0.0067 kPa）下で密封し，約 100 ℃ で 5 分間放置する．次に，加水分解管を取り出し，減圧デシケータ中で 15 分間乾燥し，残留する試薬を除く．ピリジルエチル化したたん白質又はペプチドは前記の方法で酸加水分解する．このピリジルエチル化反応をシステイン 1 ～ 8 モルを含む標準たん白質について同時に行い，ピリジルエチル化システインの回収率を補正する．ピリジルエチル化反応を長時間行うと，たん白質中の末端 α-アミノ基及びリジンの ε-アミノ基が修飾される可能性がある．

方法 8

システイン/シスチンの還元及びアルキル化は液相ピリジルエチル化反応で行われる．

原液　次の 3 種類の原液を調製し，ろ過する．原液 A：4 mmol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムを含む pH 8.5 の 1 mol/L トリス緩衝液，原液 B：8 mol/L 塩酸グアニジン溶液，原液 C：10 % 2-メルカプトエタノール溶液．

還元液 原液 B/原液 A 混液（3：1）を調製し，6 mol/L 塩酸グアニジンを含む 0.25 mol/L トリス緩衝液とする．

操作法 試料約 10 μg を還元液 50 μL に溶かし，原液 C 約 2.5 μL を加える．この液を窒素あるいはアルゴンの存在下で暗所に室温で 2 時間放置する．次に，この液に 4-ビニルピリジン約 2 μL を加え，更に 2 時間室温で暗所に放置してピリジルエチル化反応を行う．逆相 HPLC を用いてたん白質又はペプチド画分を集め，脱塩する．脱塩した試料は酸加水分解する前に，真空遠心分離で乾燥させる．

方法 9

システイン/シスチンの還元及びアルキル化は液相カルボキシメチル化反応で行われる．

原液 方法 8 に従って調製する．

カルボキシメチル化溶液 エタノール（95）1 mL 当たりヨードアセタミド 100 mg を含む液を調製する．

緩衝液 方法 8 で調製した還元液を用いる．

操作法 試料を緩衝液 50 μL に溶かし，原液 C 約 2.5 μL を加える．これを窒素又はアルゴンの存在下で暗所に室温で 2 時間放置する．次に，総チオールの理論量の 1.5 倍量のカルボキシメチル化溶液を加え，暗所に室温で更に 30 分間放置する．（注：たん白質のチオール含量が不明の場合には，たん白質 20 nmol 当たり 100 mmol/L ヨードアセタミド溶液 5 μL を加える．） 反応は過剰の 2-メルカプトエタノールを加えて停止させる．たん白質又はペプチドの脱塩は逆相 HPLC による分離で行う．酸加水分解する前に，集めた試料は真空遠心分離で乾燥させる．生成した *S*-カルボキシアミドメチルシステインは酸加水分解の過程で *S*-カルボキシメチルシステインに変化する．

方法 10

システイン/シスチンはジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸と反応して混合ジスルフィドを生成する．（注：ジチオジグリコール酸又はジチオジプロピオン酸のいずれを用いるかはアミノ酸分析からどのような結果を望むかによる．）

還元液 ジチオジグリコール酸（又はジチオジプロピオン酸）の 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）を調製する．

操作法 試料約 20 μg を加水分解管に入れ，還元液 5 μL を加える．これに 2-プロパノール 10 μL を加え，真空遠心分離で水分を除去した後，方法 1 により加水分解する．この方法の利点は，他のアミノ酸残基が副反応によって誘導体化されず，また加水分解前の試料の脱塩が不必要な点である．

方法 11

酸加水分解によってアスパラギンとグルタミンはそれぞれアスパラギン酸とグルタミン酸に変換され，アスパラギンとアスパラギン酸を合わせて *Asx* で表し，グルタミンとグルタミン酸を合わせて *Glx* で表す．たん白質又はペプチドはビス(1,1-トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン（BTI）と反応し，加水分解によってアスパラギン及びグルタミンはそれぞれジアミノプロピオン酸及びジアミノ酪酸に変化する．この変化によりアスパラギン酸及びグルタミン酸を含むたん白質又はペプチド中のアスパラギン及びグルタミンの含量を測定することができる．

還元液 次の 3 種類の溶液を調製し，ろ過する．溶液 A：10 mmol/L トリフルオロ酢酸溶液，溶液 B：5 mol/L 塩酸グアニジン及び 10 mmol/L トリフルオロ酢酸を含む水溶液，溶液 C：用時調製したビス(1,1-トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼンの *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（9 → 250）．

操作法 洗浄した加水分解管に試料約 200 μg をとり，溶液 A 又は溶液 B 2 mL 及び溶液 C 2 mL を加え，減圧下で加水分解管を密封する．これを暗所で 60 ℃，4 時間加熱する．次にこの試料を水に対して透析し，過剰の試薬を除く．透析した試料を同量の *n*-ブチル酢酸で 3 回抽出した後，凍結乾燥する．このたん白質試料を前述した方法で酸加水分解する．ジアミノプロピオン酸及びジアミノ酪酸はアミノ酸分析で用いるイオン交換クロマトグラフィーでは通常リジンとは分離しない．したがって，アミノ酸分離モードでイオン交換クロマトグラフィーを行ったときは，アスパラギン及びグルタミンの含有量は非誘導体化酸加水分解と BTI 誘導体化酸加水分解で得られたアスパラギン酸及びグルタミン酸の量の差として求められる．（注：トレオニン，メチオニン，システイン，チロジン及びヒスチジンの測定値は BTI 誘導体化によって変動することがある．したがって，これらのアミノ酸の組成を求める場合は，BTI を用いない加水分解法を行う必要がある．）

アミノ酸分析の方法論とその基本原理

アミノ酸の分析には多くの方法があり，どの方法を選ぶかは測定に要求される感度に依存する．一般に，用いられているほぼ半数の方法はイオン交換クロマトグラフィーで遊離アミノ酸を分離した後に誘導体化（例えば，ニンヒドリンや *o*-フタルアルデヒドによる誘導体化）して検出するポストカラム法である．この方法は塩類や尿素などの少量の緩衝液成分を含む試料に利用することができ，1 分析当たり通常 5 ～ 10 μg のたん白質試料を必要とする．その他の方法は一般に遊離アミノ酸を誘導体化（例えば，フェニルイソチオシアネート，6-アミノキノイル-*N*-ヒドロキシスクシンイミジルカルバメイト，*o*-フタルアルデヒド，（ジメチルアミノ）アゾベンゼンスルホニルクロリド，9-フルオレニルメチルクロロギ酸，7-フルオロ-4-ニトロベンゾ-2-オキサ-1,3-ジアゾールなどによる誘導体化）した後に逆相 HPLC で分離するプレカラム法である．この方法は感度が非常に高く，通常 1 分析当たり 0.5 ～ 1.0 μg のたん白質試料でよいが，試料中の塩類の影響を受けやすい．更に，複数のアミノ酸誘導体を生じ，結果の解釈を複雑にする可能性がある．操作上の変動に対して，一般にポストカラム法の方がプレカラム法に比べて影響を受けにくい．

次に掲げる方法がアミノ酸の定量分析に利用できる．これらの方法に用いる装置及び試薬類は市販されている．これらの方法には，試液の調製法，反応の操作法，クロマトグラフィーのシステムなどが異なる多くの変法がある．特定のパラメーターは実際に使用する装置や操作によって変わってくる．多くの実験室では各方法の持つ利点を利用するために複数の分析方法を用いている．これらの各方法では，アナログ信号がデータ取り込み装置によって視覚化され，定量するためにピーク面積が計算される．

方法 1 ニンヒドリンによるポストカラム検出法

ポストカラムでニンヒドリンにより検出するイオン交換クロマトグラフィーは定量的アミノ酸分析に利用される最も一般的な方法の一つである．通例，より複雑な生体試料の分析には Li^+を基本とした陽イオン交換系を利用し，Na^+を基本とした陽イオン交換系はたん白質の加水分解で得られる単純なアミノ

酸混合物（通常 17 種のアミノ酸成分を含む）の分析に用いられる．イオン交換カラム上でのアミノ酸の分離は pH 及びイオン強度の変化を組み合わせて行われる．分離を良くするために温度の勾配変化もしばしば使用される．

アミノ酸がニンヒドリンと反応すると，特徴的な紫色又は黄色を呈する．イミノ酸以外のアミノ酸は紫色を呈し，波長 570 nm に吸収の極大を示す．プロリンのようなイミノ酸は黄色を呈し，波長 440 nm に吸収の極大を示す．カラムから溶出したアミノ酸とニンヒドリンの反応は 440 nm と 570 nm の両波長で記録し，得られたクロマトグラムはアミノ酸組成の決定に利用される．

検出限界はほとんどのアミノ酸で約 10 pmol であるが，プロリンでは約 50 pmol である．20 pmol から 500 pmol の範囲で相関係数 0.999 以上の良好な直線性が得られる．良好な組成値を求めるには，加水分解前の量として 1 μg 以上のたん白質試料を用いるのがこの分析方法にとって最も適している．

方法 2　OPA によるポストカラム蛍光検出法

o–フタルアルデヒド（OPA）はチオール化合物の存在下で一級アミンと反応し，強い蛍光を持つイソインドール化合物を生成する．この反応は，イオン交換クロマトグラフィーによるアミノ酸分析のポストカラム誘導体化法として利用される．アミノ酸の分離は方法 1 と同じ原理である．この方法を用いたアミノ酸分析装置とその試薬は市販されている．また，この方法には多くの変法がある．

OPA は二級アミン（プロリンなどのイミノ酸）とは反応しないので，OPA と反応するように二級アミンを次亜塩素酸ナトリウムで酸化し，蛍光誘導体を生成させる．強酸性陽イオン交換カラムを用いて遊離アミノ酸を分離し，続いて次亜塩素酸ナトリウムで酸化し，OPA 及び *N*–アセチル–L–システインや 2–メルカプトエタノールのようなチオール化合物を用いて誘導体化する．α–アミノ酸の誘導体化は次亜塩素酸ナトリウムの影響をほとんど受けない．

イオン交換カラムでのアミノ酸の分離は pH 及びイオン強度の変化を組み合わせて行う．溶出したアミノ酸を OPA で誘導体化した後，反応物を蛍光検出器に通過させる．OPA–誘導体化アミノ酸の蛍光強度は励起波長 348 nm，蛍光波長 450 nm で測定する．

検出限界はほとんどのアミノ酸誘導体で数 10 pmol のレベルである．数 pmol から数 10 nmol の範囲で直線性が得られる．良好な組成値を求めるには，加水分解前の量として 500 ng 以上の試料で分析を始めるのがこの方法にとって最も適している．

方法 3　PITC プレカラム誘導体化法

フェニルイソチオシアネート（PITC）はアミノ酸と反応してフェニルチオカルバミル（PTC）誘導体を生成する．この誘導体は波長 245 nm で高感度に検出することができる．そのため，アミノ酸を PITC で誘導体化し，逆相 HPLC で分離した後に紫外吸光光度計で検出し，アミノ酸組成を分析する．

誘導体化されたアミノ酸は，試薬を減圧下で除いた後，乾燥して凍結すれば数週間は安定に保存することができる．装置に注入するために溶解したものは，冷所に保存すれば，3 日間はクロマトグラフ上での目立った変化は起こらない．

ODS カラムを用いた逆相 HPLC での PTC–アミノ酸の分離はアセトニトリル濃度と緩衝液のイオン強度の変化を組み合わせて行う．カラムから溶出した PTC–アミノ酸は波長 254 nm で検出する．

検出限界はほとんどのアミノ酸誘導体で 1 pmol である．20 pmol から 500 pmol の範囲で相関係数 0.999 以上の良好な直線性が得られる．良好な組成値を求めるには，加水分解前の量として 500 ng 以上の試料を用いるのがこの分析方法にとって最も適している．

方法 4　AQC プレカラム誘導体化法

カラムに導入する前にアミノ酸を 6–アミノキノリル–*N*–ヒドロキシスクシンイミジルカルバメイト（AQC）で誘導体化し，逆相 HPLC で分離した後に蛍光光度計で検出する方法である．

AQC はアミノ酸と反応して安定な蛍光性尿素誘導体（AQC–アミノ酸）を生成する．AQC–アミノ酸は逆相 HPLC で容易に分析できる．したがって，AQC でアミノ酸を誘導体化し，逆相 HPLC で分離することによって，アミノ酸組成を分析することができる．

ODS カラムでの AQC–アミノ酸の分離はアセトニトリル濃度と塩濃度の変化を組み合わせて行う．この誘導体の蛍光は励起波長 250 nm，蛍光波長 395 nm で選択的に検出できるので，反応液を直接カラムに注入しても蛍光試薬の主要な副生成物である 6–アミノキノリンの妨害はほとんど受けない．過剰の試薬は直ちに 6–アミノキノリン，*N*–ヒドロキシスクシンイミド及び二酸化炭素に加水分解されるので（$t_{1/2}$<15 秒），1 分後にはもはや誘導体化反応は起こらない．

AQC–アミノ酸のピーク面積は反応液を室温で放置しても少なくとも 1 週間は変化しない．この誘導体は非常に安定であるので，自動分析装置で一晩中分析することができる．

検出限界はシステイン以外のアミノ酸で約 40 ～ 320 fmol であり，システインの検出限界は約 800 fmol である．2.5 ～ 200 μmol/L の範囲で相関係数 0.999 以上の良好な直線性が得られる．良好なデータは，試料たん白質又はペプチド 30 ng に対応する加水分解物の分析で得られる．

方法 5　OPA プレカラム誘導体化法

カラムに導入する前にアミノ酸を *o*–フタルアルデヒド（OPA）で誘導体化し，逆相 HPLC で分離した後に蛍光光度計で検出する方法である．この方法では二級アミンのアミノ酸（例えば，プロリン）は検出しない．

OPA はチオール試薬の共存下で一級アミンと反応し，強い蛍光を持つイソインドール化合物を生成する．2–メルカプトエタノールや 3–メルカプトプロピオン酸がチオール化合物として用いられる．OPA はそれ自体が蛍光を持たないので，妨害ピークは現れない．更に，速やかに反応することに加えて，水によく溶け，水溶液での安定性が高いことから，誘導体化と分析を自動化しやすい．この自動化には試料と試薬を混合するためのオートサンプラーを使用する．しかし，二級アミンと反応しないことが大きな欠点であり，この方法では二級アミンとして存在するアミノ酸（例えば，プロリン）が検出できない．この欠点を補うために，方法 7 又は方法 8 の分析法を組み合わせて行う．

OPA でプレカラム誘導体化したアミノ酸は逆相 HPLC で分離する．OPA–アミノ酸誘導体は不安定であるので，HPLC での分離と分析は誘導体化した後直ちに行う．HPLC にはアミノ酸誘導体を検出するために蛍光検出器を取り付ける．OPA–アミノ酸誘導体の蛍光強度は励起波長 348 nm，蛍光波

長 450 nm で測定する．

検出限界は 50 fmol 以下と言われているが，実際の分析における限界は 1 pmol である．

方法 6　DABS-Cl プレカラム誘導体化法

アミノ酸を（ジメチルアミノ）アゾベンゼンスルホニルクロリド（DABS-Cl）で誘導体化し，逆相 HPLC で分離して可視光で検出する方法である．

DABS-Cl はアミノ酸の標識に用いる発色性試薬である．DABS-Cl で標識したアミノ酸（DABS-アミノ酸）は非常に安定であり，波長 436 nm に極大吸収を示す．

19 種の天然にあるすべてのアミノ酸の DABS 誘導体は，アセトニトリルと緩衝液からなるグラジエント溶出系を用いた逆相 HPLC の ODS カラムで分離することができる．カラムから分離して溶出した DABS-アミノ酸は可視領域の波長 436 nm で検出する．

この方法はプロリンのようなイミノ酸も他のアミノ酸と同程度の感度で測定できる．また，「たん白質加水分解」の項の方法 2 に示した加水分解法，すなわちメルカプトエタンスルホン酸，*p*-トルエンスルホン酸又はメタンスルホン酸のようなスルホン酸類でたん白質又はペプチドを加水分解することによって，DABS-Cl 誘導体化法はトリプトファンも同時に定量できる．アスパラギンやグルタミンのような酸に不安定なアミノ酸も，「たん白質加水分解」の項の方法 11 に示したたん白質又はペプチドの BTI 処理でそれぞれをジアミノプロピオン酸及びジアミノ酪酸に変換することによって分析することができる．

非たん白質性アミノ酸であるノルロイジンは，α-アミノ酸のピークと重なって溶出するので，本法の内標準物質としては使用できない．ニトロチロジンはいずれのアミノ酸ピークとも重ならないので，内標準物質に使用できる．

DABS-アミノ酸の検出限界は約 1 pmol である．2 ～ 5 pmol の各 DABS-アミノ酸が信頼性を持って定量的に測定でき，1 分析当たり DABS 化したたん白質加水分解物 10 ～ 30 ng が必要である．

方法 7　FMOC-Cl プレカラム誘導体化法

9-フルオレニルメチルクロロギ酸（FMOC-Cl）によりアミノ酸を誘導体化し，これを逆相 HPLC で分離して蛍光で検出する方法である．

FMOC-Cl は一級アミンと二級アミンの両方と反応し，強い蛍光を持つ物質を生成する．アミノ酸と FMOC-Cl の反応は水溶液中，緩和な条件下で進行し，30 秒で反応は完了する．この誘導体は安定であるが，ただヒスチジン誘導体だけは分解していく．FMOC-Cl はそれ自体が蛍光を持っているが，過剰のこの試薬と蛍光性副生成物は FMOC-アミノ酸を消失させることなく除くことができる．

FMOC-アミノ酸は ODS カラムを用いた逆相 HPLC で分離される．この分離は，酢酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液（5：4：1）から酢酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）に直線的に変化させるグラジエント溶出で行われ，20 種のアミノ酸誘導体は 20 分で分離される．カラムから溶出した各誘導体は励起波長を 260 nm，蛍光波長を 313 nm に設定した蛍光光度計で検出される．

検出限界は数 fmol である．0.1 ～ 50 μmol/L の範囲でほとんどのアミノ酸は直線性を示す．

方法 8　NBD-F プレカラム誘導体化法

7-フルオロ-4-ニトロベンゼン-2-オキサ-1,3-ジアゾール（NBD-F）によりアミノ酸を誘導体化し，これを逆相 HPLC で分離して蛍光で検出する方法である．

NBD-F は一級アミンと二級アミンの両方と反応し，強い蛍光を持つ物質を生成する．アミノ酸は NBD-F と 60 ℃ で 5 分間加熱することによって誘導体化される．NBD-アミノ酸誘導体は，アセトニトリルと緩衝液の混液からなるグラジエント溶出系を用いることによって逆相 HPLC の ODS カラムで分離され，17 種のアミノ酸誘導体は 35 分で分離される．ε-アミノカプロン酸はクロマトグラム領域の平坦部に溶出するので，内標準物質として使用できる．カラムから溶出した各誘導体は励起波長を 480 nm，蛍光波長を 530 nm に設定した蛍光光度計で検出される．

この方法の感度は，OPA と反応しないプロリンを除いて，OPA プレカラム誘導体化法（方法 5）の感度とほとんど同じであり，OPA と比べて NBD-F の方が都合がよいかもしれない．各アミノ酸の検出限界は約 10 fmol である．最終の標識反応溶液中に約 1.5 μg のたん白質加水分解物が含まれていれば，分析することができる．

データの計算と解析

たん白質又はペプチドの加水分解物中のアミノ酸含量を測定するときには，酸加水分解の段階でトリプトファンとシステインが分解されていることに注意する必要がある．セリンとスレオニンは酸加水分解により一部が分解され，イソロイシンとバリンは一部しか遊離されないことがある．メチオニンは酸加水分解中に酸化を受け，また，あるアミノ酸（例えば，グリシンやセリン）は外部から混入しやすい．気相加水分解で反応容器中を適切な真空度（0.0267 kPa 以下）にするか，又は不活性ガス（アルゴン）で置換すると酸化による破壊の程度を低くすることができる．したがって，たん白質又はペプチドの加水分解物中のシステイン，トリプトファン，トレオニン，イソロイシン，バリン，メチオニン，グリシン及びセリンの定量値は変動しやすく，その解析にはより一層の検討と考察が必要である．

計　算

アミノ酸のモル%　アミノ酸のモル%とは，たん白質中の 100 アミノ酸残基当たりの特定アミノ酸残基数である．この値は試験するたん白質の分子量が明らかでないときのアミノ酸分析データを評価するのに有用である．この情報はたん白質又はペプチドの同定やその他の目的に利用できる．それぞれの分析方法に従って得られたピークを注意深く同定し，面積を測定する．試料中の各アミノ酸のモル%を次式により計算する．

$$100r_U/r$$

r_U：個々のアミノ酸のピーク面積から求めた量（nmol）

r：試料中の全アミノ酸のピーク面積から求めた量（nmol）の合計

得られた各アミノ酸のモル%を既知たん白質のそれと比較することにより試料たん白質を同定することができる．

未知たん白質試料　このデータ解析法は，アミノ酸分析データを用いて未知たん白質試料のたん白質濃度を推定するのに利用できる．次式により回収された各アミノ酸の質量（μg）を計算する．

$mM_W/1000$

m：回収されたアミノ酸の量（nmol）
M_W：ペプチド結合で除かれた水分子の質量を補正したアミノ酸の平均分子量

回収されたアミノ酸の質量の総計は，部分的又は完全に破壊されたアミノ酸を適切に補正した後のたん白質の総質量の推定値となる．未知たん白質の分子量が SDS-PAGE や質量分析で判れば，そのアミノ酸組成が予測できる．次式により各アミノ酸の残基数を計算する．

$m/(1000M/M_{WT})$

m：回収されたアミノ酸の量（nmol）
M：たん白質の総質量（μg）
M_{WT}：未知たん白質の分子量

既知たん白質試料　このデータ解析法は，分子量とアミノ酸組成が既知のたん白質試料のアミノ酸組成及びたん白質濃度をアミノ酸分析データを用いて調べるのに利用できる．分析しようとするたん白質のアミノ酸組成が明らかなときには，あるアミノ酸の回収率は良好であるが，他のアミノ酸の回収率が完全又は部分的な破壊（例えば，トリプトファン，システイン，トレオニン，セリン，メチオニン）やペプチド結合の不完全開裂（すなわち，イソロイシンとバリンの開裂）又は遊離アミノ酸の外部からの混入（すなわち，グリシンやセリンの混入）のために必ずしも十分でない場合にこの解析法を活用することができる．

回収率の最も良いアミノ酸はそのたん白質を代表しているので，そのアミノ酸がたん白質を定量するのに利用される．一般に回収率の良いアミノ酸にはアスパラギン酸/アスパラギン，グルタミン酸/グルタミン，アラニン，ロイシン，フェニルアラニン，リジン，アルギニンがある．これら回収率の良いアミノ酸の種類は各自の分析装置での経験によって変わる．回収率の良い各アミノ酸の量（nmol 数）をそのアミノ酸の理論量で除し，回収率の良い各アミノ酸に基づいたたん白質量を求め，これらの値を平均する．回収率の良い各アミノ酸によって求めたたん白質量は平均値に対して均等に分布していなければならない．平均値から大きくはずれた値は除外する．通常，平均値からの偏差が 5 % を超えるものは除外の対象と考えられる．残りの値から平均値を再計算して試料のたん白質量を求める．各アミノ酸の含量を計算で求めた平均たん白質含量で除して試料のアミノ酸組成を求める．

相対組成誤差（%）を次式により計算する．

$100m/m_S$

m：アミノ酸の実測値（アミノ酸残基当たりの nmol）
m_S：当該アミノ酸の理論量

平均相対組成誤差は各アミノ酸の相対組成誤差の絶対値の平均であり，通常，トリプトファン及びシステインはこの計算からは除かれる．この平均相対組成誤差はアミノ酸分析の全過程が適切に行われたかどうかについての重要な情報となる．たん白質試料のアミノ酸組成と既知組成との一致性は試料中のたん白質の同定と純度の保証に利用できる．

2. アリストロキア酸について

アリストロキア酸は，ウマノスズクサ科の植物に含有されている成分で，腎障害を引き起こすことが疑われている．また，発がん性があるとの報告もある（参考参照）．

日本薬局方に定められた基原及び部位の生薬を使用していれば問題はないが，国によっては異なる植物を類似した生薬名で呼称している場合等もあり，また，諸外国においては日本薬局方に適合しない製品が流通していることから，生薬・漢方薬の使用に当たっては，アリストロキア酸を含む植物の混入がないように原料の確認等に留意する必要がある．第十四改正日本薬局方第一追補以降，使用部位として植物の根及び根茎が規定されているサイシンに，アリストロキア酸を含む可能性のある地上部が混入する場合を考慮し，純度試験にアリストロキア酸 I の分析法が規定された．ボウイ，モクツウ，モッコウでは，規定された基原植物を用いていれば，アリストロキア酸の混入は考えられないが，上述した理由から，アリストロキア酸 I を含む生薬が流通する可能性がある．その場合，サイシンの純度試験を準用することで，アリストロキア酸の混入の有無について試験を行うことが可能となる．

参考：2000 年 7 月医薬品・医療用具等安全性情報（No.161）
New England Journal of Medicine（June 8, 2000）
Mutation Research 515, 63–72（2002）

3. 胃腸薬の pH 試験法

胃腸薬の pH 試験法は，制酸の効果を標榜する胃腸薬を 0.1 mol/L 塩酸の一定量中で一定時間かき混ぜ，この液の pH を求める試験法である．胃腸薬の pH は，製剤の用法及び用量の 1 回服用量（1 回服用量に幅がある場合には，最小の 1 回服用量をいう）に対応する量をとり，次の方法により試験を行うとき得られる pH 値で示す．

試料の調製

固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合するものは，そのまま試料とする．ただし，分包されているものは，その 20 包以上をとり，その内容物の質量を精密に量り，1 回服用量当たりの内容物の平均質量を算出し，均一に混合して試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されている顆粒剤などは，その 20 包以上をとり，その内容物の質量を精密に量り，1 回服用量当たりの内容物の平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．固体製剤で製剤総則散剤の規定に適合しないもので，分包されていない顆粒剤などは，その 20 回服用量以上をとり，粉末とし，試料とする．カプセル剤，錠剤などは，その 20 回服用量以上をとり，その質量を精密に量り 1 回服用量当たりの内容物の平均質量，又は平均質量を算出した後，粉末とし，試料とする．

液体製剤は，よく振り混ぜ，試料とする．

操作法

ファクターを 1.000 に調整した 0.1 mol/L 塩酸 50 mL 又はこれに対応する 0.1 mol/L 塩酸の容量を正確に量り，100 mL のビーカーに入れ，マグネチックスターラー及びマグネチックスターラー回転子（長さ 35 mm，径 8 mm）を用い，1 分間に約 300 回転の割合でかき混ぜながら，これに試料の 1

回服用量を正確に量って加え，10 分後の pH を pH 測定法により測定する．ただし，操作中，液温を 37±2 ℃ に保つ．

4. 遺伝子解析による微生物の迅速同定法

本法は，医薬品の製造工程管理試験や出荷判定試験において検出される微生物（細菌及び真菌）を遺伝子解析法によって種又は属レベルで同定又は推定する手法を示す．無菌試験や無菌製造工程で検出された汚染微生物の同定は，汚染原因の究明に役立つ．また，医薬品製造区域や医薬品原料等から検出される微生物の種類についての知見は，微生物学的に安全な医薬品を製造する上で重要である．微生物の同定法は，微生物固有の形態や生理・生化学性状，菌体成分の解析等を組み合わせて，分類階級の上位から下位に進めていく表現形質解析法が広く用いられてきた．表現形質による微生物同定用キットも数多く市販されているが，医薬品製造原料や環境から検出される微生物の中には，同定できないものも多い．また，表現形質による同定法は，一般に専門知識が必要な上，結果の判定が客観性に欠ける恐れがある．微生物の進化の歴史はリボソーム RNA（rRNA）に記録されているとされており，近年の微生物分類学ではこの記録をもとに，系統発生的に区分する手法が採用されている．本法は，細菌については，16S rRNA の高度可変領域の一部，真菌については 18S rRNA と 5.8S rRNA 間のスペーサー領域（ITS1）の遺伝子配列を自動解析し，データーベースと照合することによって微生物を迅速に同定又は推定する手法を示す．なお，本法は他の同定法にとって代わるものではない．また，本法に示した方法は，用いる装置や材料，実施者の経験などによって変更可能である．

また，本法に示した以外の遺伝子領域も合理性があれば使用可能である．

装　置

（1） DNA 自動解析装置

DNA の塩基配列を読み取る（シークエンスする）装置で，ゲル板法やキャピラリー法など，種々の機種がある．

（2） DNA 増幅装置

被検菌の標的 DNA の増幅（PCR）に用いる．また，PCR 産物をシークエンシング試薬で標識するためにも用いる．

操作法

以下，操作法の一例を示す．

1. 鋳型 DNA の調製

同定対象とする細菌又は真菌は純培養されていることが重要である．被検菌が集落の場合は，1.5 mL 遠心チューブに被検菌処理液を 0.3 mL 入れ，これに滅菌竹串などで集落の一部（カビの場合は，ごく少量）をとり懸濁させる．被検菌が液体培養物の場合は，1.5 mL 遠心チューブに培養物を 0.5 mL とり，10000 rpm で 10 分間遠心後，上清を除去し，残留物に被検菌処理液を 0.3 mL 入れて懸濁させる．ヒーターを用いて懸濁液を 100 ℃ で 10 分間加熱する．細菌，酵母類は一般に，加熱処理物でも PCR はかかるが，カビは加熱処理後，撹拌機や超音波処理で菌体を破壊した上で DNA 抽出を行った方が良い．

2. PCR

PCR 反応液に加熱処理した菌液の上清又は DNA 抽出物を 2 μL 加え，細菌の場合は 10F/800R プライマーセット，真菌の場合は ITS1F/ITS1R プライマーセットを添加して以下の条件で PCR を行う．94 ℃，30 秒 → 55 ℃，60 秒 → 72 ℃，60 秒の反応を 30 サイクル．細菌の場合は約 800 bp，真菌の場合は菌種により約 150 ～ 470 bp の DNA 断片が増幅生成する．PCR を行う際には，陰性対照（菌液の代わりに水）を置くこと．

3. PCR 産物の検出

反応終了後の PCR 液 5 μL を 1 μL のローディング緩衝液と混合し，1.5 w/v% アガロースゲルのウェルに添加し，1 倍 TAE 緩衝液を用いて電気泳動する．この際，適当な DNA サイズマーカーも並行して泳動する．泳動後，トランスイルミネーター（主波長：312 nm）で観察し，鮮明な 1 本の標的サイズバンドが得られていることを確認する．複数のバンドが確認された場合には，標的バンドを切り出し，適当な市販 DNA 抽出キットを用いて DNA の抽出を行う．

4. PCR 産物の精製

未反応物（dNTP やプライマーなど）を除去するための方法としてはいろいろある．採用する方法のプロトコルに従って精製する．

5. 精製 DNA の定量

精製 DNA 量を分光光度計で測定する場合には，

1 $OD_{260\ nm}$ = 50 μg/mL で換算する．

6. 精製 PCR 産物の標識

DNA 解析装置又はそのプログラムに合った蛍光標識シークエンシング試薬を用い，PCR 産物を標識する．

7. シークエンシング反応物の精製

1.5 mL 遠心チューブに薄めたエタノール（7 → 10）を 75 μL 入れ，反応終了物を移す．氷中に 20 分間放置後，15000 rpm で 20 分間遠心する．遠心終了後，上清を除去し，薄めたエタノール（7 → 10）250 μL を加え，15000 rpm で 5 分間遠心する．上清を除去し，乾燥させる．

8. 塩基配列の解析

DNA 解析装置やシークエンス試薬に合った方法で処理した試料を DNA 解析装置にセットし，塩基配列を読み取る．得られた塩基配列を BLAST 検索によりデータベースと照合する．

判　定

一般に，得られた塩基配列とデータベースとが 90 % 以上合致した場合，以下のように判定できる．

1. 細菌の場合は，10F プライマーで読み取った最初から 50 ～ 350 領域の約 300 塩基を BLAST を用いて検索し，上位にランクされた菌種を被検菌と同一種又は近縁種と判定する．
2. 真菌の場合は，ITS1F プライマーで読み取った領域を BLAST を用いて検索し，上位にランクされた菌種を被検菌と同一種又は近縁種と判定する．

試薬・試液

（1） エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，0.5 mol/L

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 18.6 g を水に溶かし，100 mL とする．

（2） トリス緩衝液，1 mol/L，pH 8.0

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.2

g を水に溶かし，0.2 mol/L 塩酸試液を加え，pH を 8.0 に調整した後，水を加えて 200 mL とする．

（3） TE 緩衝液

pH 8.0 の 1 mol/L トリス緩衝液 1.0 mL に 0.5 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.2 mL を加えた後，水を加えて 100 mL とする．

（4） 被検菌処理液

Triton X-100 を 1 vol% 含む TE 緩衝液を小分けし，使用時まで凍結保存する．

（5） PCR反応液

10 倍緩衝液*	5 μL
dNTP 溶液**（各 2.5 mmol/L）	4 μL
10 μmol/L センスプライマー	1 μL
10 μmol/L アンチセンスプライマー	1 μL
耐熱性 DNA ポリメラーゼ（1 U/μL）	1 μL
水	36 μL

*10 倍緩衝液

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール・塩酸（pH 8.4）	100 mmol/L
塩化カリウム	500 mmol/L
塩化マグネシウム	20 mmol/L
ゼラチン	0.1 g/L

**dNTP 溶液（dGTP，dATP，dCTP，dTTP の等モル混合液）

dGTP（2′-デオキシグアノシン 5′-トリフォスフェート，ナトリウム塩）	2.5 mmol/L
dATP（2′-デオキシアデノシン 5′-トリフォスフェート，ナトリウム塩）	2.5 mmol/L
dCTP（2′-デオキシシチジン 5′-トリフォスフェート，ナトリウム塩）	2.5 mmol/L
dTTP（2′-デオキシチミジン 5′-トリフォスフェート，ナトリウム塩）	2.5 mmol/L

なお，これらの成分を有する適当な製品を記載に従って用いてもよい．

（6） シークエンシング試薬

シークエンシング方式には，プライマーを標識するダイプライマー（dye-primer）法，dNTP ターミネーターを標識するダイターミネーター（dye-terminator）法など，種々の方法がある．DNA 自動解析装置やプログラムに合った適切な試薬キットを使用する．

（7） TAE 緩衝液，50 倍濃縮

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 242 g に酢酸（100）57.1 mL，0.5 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 100 mL 及び水を加えて溶かし，1000 mL とする．

（8） 1倍 TAE 緩衝液

使用時，50 倍濃縮 TAE 緩衝液を水で 50 倍に希釈したものを 1 倍 TAE 緩衝液という．

（9） アガロースゲル

アガロース 1.5 g に 50 倍濃縮 TAE 緩衝液 2.0 mL，臭化エチジウム（3,8-diamino-5-ethyl-6-phenylphenanthridinium bromide）溶液（1 → 100）10 μL，及び水 100 mL を加えて加熱して溶かした後，60 ℃ に冷却し，アガロースゲルを調製する．

（10） ローディング緩衝液，6 倍濃縮

ブロモフェノールブルー 0.25 g，キシレンシアノール FF 0.25 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.63 g を水 50 mL に溶かし，グリセリン 30 mL を加え，水を加えて 100 mL とする．

（11） PCR 用プライマー

微生物	プライマー	塩基配列
細菌	10F	5′-GTTTGATCCTGGCTCA-3′
	800R	5′-TACCAGGGTATCTAATCC-3′
真菌	ITS1F	5′-GTAACAAGGT(T/C)TCCGT-3′
	ITS1R	5′-CGTTCTTCATCGATG-3′

5. 医薬品の残留溶媒ガイドライン，残留溶媒試験法及び医薬品各条記載例

1. 医薬品の残留溶媒ガイドライン

「医薬品の残留溶媒ガイドライン」（平成10年 3 月30日 医薬審第 307 号）を参照する．

「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に規定されている限度値は，患者の安全のために勧告された残留溶媒の許容量である．医薬品中の残留溶媒は，特別な場合を除き，この勧告値を超えることは望ましくない．したがって，医薬品の製造業者は，「医薬品の残留溶媒ガイドライン」に規定されている限度値に留意して，残留溶媒試験法に準じて自社製品の試験を行い，製造する医薬品の品質を確保することが肝要である．

2. 残留溶媒試験法

試験法

一般試験法に規定する残留溶媒試験法を用いる．

国際調和

欧州薬局方（EP）及び米国薬局方（USP）に収載されている残留溶媒試験法（EP：Residual solvents, USP：Organic volatile impurities）を用いて試験を行うことができる．ただし，医薬品各条の記載形式は，日本薬局方の定めにより行う．

3. 医薬品各条の記載例

残留溶媒を試験するときの医薬品各条における記載形式の代表例を示す．ただし，ここに示す例は，あくまで記載例であり，その他の適切な条件を用いることを妨げるものではない．日本薬局方原案作成要領に従って医薬品各条（案）を作成することが肝要である．

1）試験項目名，試料及び標準品（基準物質）採取量，試料溶液及び標準溶液の調製方法，ガスクロマトグラフへの注入量，計算式及び内標準溶液の調製方法の記載例

残留溶媒（又は残留溶媒名）本品約 0.200 g を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，更に水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．必要ならば，ろ過，又は遠心分離する．別にあらかじめ水 50 mL を入れた容器に，○○○基準物質（残留溶媒名）0.10 g を精密に量り込み，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に水を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，

次の条件でガスクロマトグラフィーのヘッドスペース法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する○○○（被検物質）のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．○○○の量は◎◎◎ppm 以下である．

被検残留溶媒の量（μg）

$$= \text{○○○基準物質の量（}\mu\text{g）} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 △△△の▲▲▲溶液（1 → 1000）

2）ヘッドスペース試料導入装置の操作条件の記載例

ヘッドスペース装置の操作条件（1）

バイアル内平衡温度	80 ℃ 付近の一定温度
バイアル内平衡時間	60 分間
注入ライン温度	85 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス	窒素
加圧時間	30 秒間
試料注入量	1.0 mL

ヘッドスペース装置の操作条件（2）

バイアル内平衡温度	105 ℃ 付近の一定温度
バイアル内平衡時間	45 分間
注入ライン温度	110 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス	窒素
加圧時間	30 秒間
試料注入量	1.0 mL

ヘッドスペース装置の操作条件（3）

バイアル内平衡温度	80 ℃ 付近の一定温度
バイアル内平衡時間	45 分間
注入ライン温度	105 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス	窒素
加圧時間	30 秒間
試料注入量	1.0 mL

3）ガスクロマトグラフィーの試験条件及びシステム適合性の記載例

試験条件には，通例，検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス，流量及び面積測定範囲を，システム適合性には，通例，検出の確認，システムの性能及びシステムの再現性など試験に必要な事項を規定する．試験条件及びシステム適合性は，必要に応じて次のように記載する．

表記の方法　試験条件及びシステム適合性の表記方法を次に示す．

試験条件

検出器：「水素炎イオン化検出器」のように規定する．

カラム：「内径 0.3 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 0.25 μm で被覆する．」のように，カラム内径×mm 及び長さ×m，カラム材質，固定相液体の名称，固定相の厚さ（× μm）などを規定する．ただし，カラムの内径及び長さ，並びに固定相の厚さ又は粒径は，試験法設定根拠となるデータを得たときの数値を記載する．

カラム温度：「× ℃ 付近の一定温度」又は「40 ℃ を 20 分間，その後，毎分 10 ℃ で 240 ℃ まで昇温し，240 ℃ を 20 分間保持する．」のように規定する．

キャリヤーガス：「ヘリウム」のように規定する．

流量：「□□□の保持時間が約○分になるように調整する．」又は，「35 cm/秒」のように規定する．なお，流量は，試験方法の設定根拠となるデータを得たときの設定流量を記載する．

面積測定範囲：「空気ピークの後から□□□の保持時間の約×倍の範囲」のように規定する．

システム適合性

検出の確認：「標準溶液×mL を正確に量り，□□□を加えて正確に××mL とする．この液×μL から得た□□□のピーク面積が，標準溶液の□□□のピーク面積の×～×% になることを確認する．」のように規定する．検出の確認は，純度試験において規格値を試料溶液の特定ピークのピーク面積が標準溶液の○○のピーク面積の×/×以下（<1）で判定する場合など，「システムの再現性」のみでは，試験システムの適合性の確認が不十分な場合に規定する．

システムの性能：「□□□×g 及び△△△×g を○○○×mL に溶かす．この液×μL につき，上記の条件で操作するとき，□□□，△△△の順に流出し，その分離係数は×以上であり，□□□のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ×段以上，×以下である．」のように規定する．システムの性能は，すべての試験方法に規定する．通例，溶出順及び分離度，更に必要な場合（ピークが非対称である等の場合）には，シンメトリー係数を規定する．なお，溶出順及び分離度に代えて分離係数及び理論段数を規定してもよい．また，適切な分離対象物質がない場合には，被検成分の理論段数及びシンメトリー係数等で規定しても差し支えない．

システムの再現性：「システム適合性試験用溶液×μL につき，上記の条件で試験を×回繰り返すとき，□□□のピーク面積の相対標準偏差は×% 以下である．」のように規定する．システムの再現性は，定性的な試験以外のすべての場合に規定する．

試験条件及びシステム適合性の記載具体例

操作条件（1）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピルフェニル－メチルシリコーンポリマーを厚さ 3 μm に被覆する．なお，必要ならば，ガードカラムを使用する．

カラム温度：40 ℃ を 20 分間，その後，必要ならば毎分 10 ℃ で 240 ℃ まで昇温し，240 ℃ を 20 分間保持する．

注入口温度：140 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35 cm/秒

スプリット比： 1：5

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で試験す

るとき，それぞれのピークの分離度は 1.0 以上である．(注：被検物質が複数の場合)

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，被検物質のピーク面積の相対標準偏差は 15 % 以下である．

操作条件（2）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % フェニル－メチルシリコーンポリマーを厚さ約 5 μm に被覆する．なお，必要ならば，内径 0.53 mm，長さ 5 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5 % フェニル－メチルシリコーンポリマーを被覆したガードカラムを使用する．

カラム温度：35 ℃ を 5 分間，その後，毎分 8 ℃ で 175 ℃ まで昇温し，必要ならば，次に毎分 35 ℃ で 260 ℃ まで昇温する．その後，260 ℃ を 16 分間保持する．

注入口温度：70 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：260 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35 cm/秒

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で試験するとき，それぞれのピークの分離度は 1.0 以上である．(注：被検物質が複数の場合)

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，被検物質のピーク面積の相対標準偏差は 15 % 以下である．

操作条件（3）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 0.25 μm で被覆する．なお，必要ならば，ガードカラムを使用する．

カラム温度：50 ℃ を 20 分間，必要ならば，その後，毎分 6 ℃ で 165 ℃ まで昇温し，165 ℃ を 20 分間保持する．

注入口温度：140 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35 cm/秒

スプリット比： 1∶5

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で試験するとき，それぞれのピークの分離度は 1.0 以上である．(注：被検物質が複数の場合)

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，被検物質のピーク面積の相対標準偏差は 15 % 以下である．

6. SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法は生物薬品中のたん白質の特性解析，及び純度試験や定量試験に用いられる．

特に生物薬品中のたん白質の同定及び均一性の評価に適した分析法である．また，たん白質のサブユニットの分子量の測定並びに精製たん白質のサブユニット組成の決定に日常的に用いられる．

既成のゲル及び試薬類が広く市販されているが，これらの市販品を用いた場合でも同等の結果が得られ，かつ，後述するバリデーションを行い，その基準に適合する限り，以下の方法に代わって利用して差し支えない．

1. ポリアクリルアミドゲルの特性

ポリアクリルアミドゲルの分子ふるい効果は，隣接するポリアクリルアミド鎖と交差結合するビスアクリルアミドによって形成される繊維と孔の三次元的網目構造により得られる．この重合反応は過硫酸アンモニウム及び *N*,*N*,*N*′,*N*′–テトラメチルエチレンジアミン（TEMED）からなるフリーラジカル生成系により触媒される．

ゲルのアクリルアミド濃度が増加すると有効孔径は減少する．ゲルの有効孔径は分子ふるい効果によって実験的に求められる．すなわち，巨大分子の移動を妨げる程度によって決められる．利用できるアクリルアミドの濃度には限界がある．高濃度ではゲルが壊れやすく取り扱いが難しい．ゲルの孔径が減少するに従い，たん白質のゲル中の移動速度は減少する．アクリルアミドの濃度を調整して孔径を調節することによって，本法の解像度を目的たん白質に対して最適化させることができる．このようにゲルの物理的な性質はアクリルアミドとビスアクリルアミドの濃度によって定まる．

ゲルの組成に加え，たん白質の状態も電気泳動の移動度を決定する重要な要因となる．たん白質の電気泳動による移動度は荷電する基の pK 値及びたん白質分子のサイズに依存する．また移動度は支持材料の性質と同様に，緩衝液の種類，濃度及び pH，又は温度及び電界強度などによっても影響を受ける．

2. 変性条件下ポリアクリルアミドゲル電気泳動

以下に例示する方法は質量 14000 ～ 100000 ダルトンの単量体ポリペプチドの分析に適用するものである．いろいろな技術（例えばグラジエントゲル，特殊な緩衝液系等）によってこの質量範囲を広げることは可能であるが，ここでは触れない．

ドデシル硫酸ナトリウム（SDS）を用いる変性条件下でのポリアクリルアミドゲル電気泳動法（SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法）は，たん白質性生物薬品の品質評価に最も一般的に利用される電気泳動法であり，以下の方法もこれを中心に記述する．一般に，たん白質を電気泳動により分析する際には，たん白質をポリペプチドの各サブユニットに解離させ，また凝集を最少にするような条件にしたポリアクリルアミドゲル中で分析を行う．通常はたん白質をゲルに添加する前に強陰イオン界面活性剤である SDS と熱により解離させる．変性したポリペプチドは SDS と結合して負に荷電し，たん白質の種類とは無関係に一定の電荷－質量比を示す．SDS の結合量はほとんどの場合ポリペプチドの分子量に比例しており，そのアミノ酸配列に依存しないため，SDS–ポリペプチド複合体はゲル中をポリペプチドのサイズに依存した移動度で移動する．

生じた SDS–ポリペプチド複合体の電気泳動による移動度は，すべての複合体分子について質量に対して同じ関数関係にあるとみなされる．SDS–複合体は低分子量複合体の方が高分子量のものより速く陽極に向かって移動すると想定できる．したがって，SDS–ポリアクリルアミドゲル電気泳動法での相対移動度からたん白質の分子量を測定することができ，またゲル中で単一のバンドになることが高純度の証明となる．

しかしながら，N– 又は O–糖鎖のようにポリペプチド骨格への修飾が生じるものについては，SDS が糖に対してはポリペプチドと同様には結合しないため，たん白質の見掛けの分子量に大きく影響する．そのため電荷－質量比は一定にならない．このように翻訳後に修飾を受けたたん白質の場合，見掛けの分子量はポリペプチドの質量を反映してはいない．

1）還元条件

ポリペプチドのサブユニットと三次元構造は多くの場合 S–S 結合により保持されている．還元条件下での SDS–ポリアクリルアミドゲル電気泳動法の目的は，S–S 結合を還元してこの構造を破壊したたん白質を電気泳動することにある．2–メルカプトエタノールやジチオスレイトール（DTT）等で処理してたん白質を完全に変性，解離させると，ポリペプチドの骨格がほどけた状態で SDS との複合化が起こる．このような条件下では，ポリペプチドのサブユニットの分子量は適当な分子量マーカーがあれば直線回帰により求めることができる．

2）非還元条件

試験目的によっては，たん白質をサブユニットペプチドへ完全に解離させたくない場合がある．2–メルカプトエタノールや DTT のような還元剤による処理をしなければ，S–S 結合は完全に保持されたままとなり，たん白質はオリゴマーとして保持される．SDS－たん白質オリゴマー複合体はそれらの SDS–サブユニットポリペプチド複合体より移動速度は遅い．その上，非還元たん白質は SDS によって完全には飽和されないため，SDS と一定の質量比では結合しない．このため，完全に還元変性させたポリペプチドの分子量の測定に比べて非還元条件での SDS–ポリアクリルアミドゲル電気泳動法による分子量の測定はより複雑である．なぜなら，分子量を正確に比較するには標準物質と試料の双方が類似した形状である必要があるからである．一方，ゲル中で単一バンドに染色されることは，高純度であることの証明になる．

3．不連続緩衝液系ゲル電気泳動の特徴

たん白質の混合物を分析するための最も一般的な電気泳動法は，二種の異なるゲルを連結する方法，すなわち，分離（下層）ゲルと濃縮（上層）ゲルからなる不連続な緩衝液系ゲルを用いる方法である．この二種のゲルは孔径，pH 及びイオン強度において異なっている．更に，ゲル中と電極緩衝液で異なる移動イオンが用いられる．緩衝液系の不連続性によって，大容量の試料溶液でも濃縮ゲル中で濃縮され，結果として分離度が高まる．電圧をかけると試料溶液が存在するところで電圧が低下し，これによってたん白質が濃縮ゲル中に導入される．電極緩衝液からグリシンイオンがたん白質に続いて濃縮ゲル中に入る．移動の速い塩素イオンを先端に，これと比して移動が遅いグリシンイオンを後端とする移動界域が速やかに形成される．この先端イオンと後端イオンの境界間に高電圧が局所的に生じ，SDS–たん白質複合体は濃縮層を形成し，塩素イオン層及びグリシンイオン層の間を泳動する．添加した試料溶液の層高に関係なく，すべての SDS–たん白質複合体はごく狭い範囲に濃縮され，極めて限定された高密度たん白質の薄い層として分離ゲル中に入る．孔径の大きな濃縮ゲルはほとんどのたん白質の移動を妨げず，主として対流防止物質として働いている．分離ゲルの孔径はより小さいので，濃縮ゲルと分離ゲルの境界面でたん白質の移動速度は急激に低下する．分離ゲル中ではゲルのマトリックスによる分子ふるい効果によってたん白質の移動速度は低下し続ける．グリシンイオンはたん白質を追い越し，トリスヒドロキシメチルアミノメタンとグリシンにより形成された均一な pH 域に移動する．分子ふるい効果により SDS–たん白質複合体はそれぞれの分子量に従って分離される．

4．垂直不連続緩衝液系 SDS–ポリアクリルアミドゲルの調製

1）ゲル形成カセットの組立て

ガラス板 2 枚（サイズ：例えば 10 cm × 8 cm），ポリテトラフルオロエチレン製サンプルコウム，スペーサー 2 個及びシリコーンゴム管（直径：例えば 0.6 mm × 35 cm）をマイルドな洗剤で洗い，水で十分にゆすぐ．ペーパータオル又はティッシュで水分をとる．スペーサー及びシリコーンゴム管に非シリコーン性グリースを塗る．このスペーサーをガラス板の両短端側に端から 2 mm 離し，更にゲルの底部に相当する長端側の端から 2 mm 離した位置に取り付ける．次に片方のスペーサーに沿ってガラス板にシリコーンゴム管を取り付け始める．注意しながらスペーサーの下部でシリコーンゴム管を曲げてガラス板の長端側に向ける．長端側のシリコーンゴム管を指で押さえながらもう片方の短端側へ曲げて，取り付ける．2 枚目のガラス板をきちんと置き，手で押さえる．両短端側を 2 個ずつの留め金で固定する．ガラス板の長端側を 4 個の留め金で固定してゲル枠の底部を形成させる．シリコーンゴム管がガラス板の端に沿って取り付けられ，留め金で固定したときに押し出されていないことを確認する．

2）ゲルの調製

不連続緩衝液系 SDS–ポリアクリルアミドゲルでは，両ゲルのアクリルアミド–ビスアクリルアミドの組成，緩衝液及び pH が異なるので，分離ゲル液を注ぎ，ゲルを形成させた後に濃縮ゲル液を注ぐ．

分離ゲルの調製：表 1 に示した量に従って，目的濃度の分離ゲルを調製するのに必要なアクリルアミドを含む溶液適当量を三角フラスコ中で調製する．表に示した順序で組成分を混和する．過硫酸アンモニウム溶液及び TEMED を加える前に，混和した液を必要に応じてセルロースアセテート膜（孔径：0.45 μm）を用い吸引ろ過する；ろ過中に気泡が生じなくなるまでろ過装置を振りながら減圧する．表 1 に従って適量の過硫酸アンモニウム溶液及び TEMED を加え，振り混ぜ，直ちにゲル形成枠の 2 枚のガラス板の間に注ぐ．濃縮ゲルのための十分なスペース（サンプルコウムの歯の長さプラス 1 cm）を残しておく．この液の上にピペットを用いてイソブタノール飽和水を注意して載せる．これを室温で垂直に放置してゲルを重合させる．

濃縮ゲルの調製：分離ゲルの重合が完了（約 30 分）した後，イソブタノール層を捨て，ゲル上部を水で数回洗ってイソブタノール及び非重合のアクリルアミドを取り除く．ゲルの上部からできる限り水分を流し去り，更に残る水分をペーパータオルの端などで取り除く．

表 2 に示した量に従って，目的に応じた濃度のアクリルア

ミドを含む溶液の適当量を三角フラスコ中で調製する．示された順序で組成分を混和する．過硫酸アンモニウム溶液及び TEMED を加える前に，混和した液を必要に応じてセルロースアセテート膜（孔径：0.45 μm）を用い吸引ろ過する；ろ過中に気泡が生じなくなるまでろ過装置を振りながら減圧する．表 2 に従って適量の過硫酸アンモニウム溶液及び TEMED を加え，振り混ぜ，直ちにゲル形成枠の 2 枚のガラス板の間にある分離ゲルの上に直接注ぐ．直ちに気泡が入らぬよう注意しながら清潔なサンプルコウムを濃縮ゲル液中に差し込む．更に濃縮ゲル液をサンプルコウムのスペースが完全に満たされるよう加える．これを室温で垂直に放置してゲルを重合させる．

3）電気泳動装置へのゲルの取り付け及び泳動分離

ゲルの重合が完了した後（約 30 分），サンプルコウムを注意して取り除き，直ちに水又は SDS–ポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液で溝をゆすぎ，非重合アクリルアミドを除去する．必要ならば先端を鈍化した皮下注射針で濃縮ゲルの溝をまっすぐに直す．片方の短端側の留め金をはずし，注意してシリコーンゴム管を取り除き，再び留め金を付ける．反対側についても同様に操作する．ゲル底部からシリコーンゴム管を取り除く．このゲルを泳動装置に取り付け，泳動緩衝液を上部及び下部の緩衝液槽に入れる．ガラス板間のゲル底部の気泡を取り除く．この操作を行うには曲がった注射針をつけた注射筒を用いるとよい．緩衝液系の不連続性が壊れるので，試料液等を添加する前に予備泳動を行ってはならない．試料等の液を添加する前に SDS–ポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液でゲルの溝を注意してゆすぐ．適切な試料用緩衝液を用いて試料液及び標準液を調製し，各条の規定に従って処理する．各々の液の適量を濃縮ゲルの溝に添加する．各電気泳動装置に適した条件を用いて泳動を開始する．各電気泳動装置に応じた表面積及び厚さの異なるゲルを市販品として入手することもできる．最適な分離を得るためには泳動時間及び電流/電圧は泳動装置により変更する必要がある．分離ゲル中へ色素の先端が移動していることを確認する．色素がゲルの下部に到達したら，泳動を停止する．ゲル部を装置からはずし，ガラス板を取り除く．スペーサーを取り除き，濃縮ゲルを除去した後，直ちに染色操作に入る．

5．ゲル中のたん白質の検出

クーマシー染色はバンド当たり 1 ～ 10 μg のたん白質量が検出できる最も一般的な染色法である．銀染色はゲル中のたん白質の染色に最も鋭敏な方法で，10 ～ 100 ng を含むバンドの検出が可能である．ゲル染色はすべて適切な容器中で静かに振り混ぜながら室温で行う．ゲル染色では指紋も染色されるので手袋をしなければならない．

1）クーマシー染色

十分な量のクーマシー染色試液中にゲルを浸し，少なくとも 1 時間染色する．染色試液を取り除く．

十分な量の脱色試液でゲルを脱色する．染色されたたん白質のバンドが透明な背景に明瞭に区別できるようになるまで脱色試液を数回交換する．ゲルの脱色が進めば進むほど，より少ないたん白質量を検出できるようになる．2 ～ 3 g の陰イオン交換樹脂若しくは少量のスポンジ片を脱色試液中に入れると脱色を速めることができる．

注：この操作で用いられる酸－アルコール液はゲル中のたん白質を完全には固定しない．したがってゲルの染色及び脱色の操作中に分子量の低いたん白質は多少とも失われることがある．クーマシー染色試液中に浸す前にゲルを固定用トリクロロ酢酸試液中に 1 時間放置することにより耐久性の固定が得られる．

2）銀染色

ゲルを十分な量の固定試液に浸し，1 時間放置する．固定試液を除去し，新しい固定試液を加え，少なくとも 1 時間又は可能なら一夜放置する．固定試液を捨て，ゲルを水中で 1 時間洗う．ゲルを 1 vol% グルタルアルデヒド溶液中に 15 分間浸し，水で 2 回 15 分間ずつ洗う．次に暗所で新鮮な銀染色用硝酸銀試液中に 15 分間浸した後，5 分間ずつ 3 回水で洗う．十分に染色されるまで現像試液中に約 1 分間ゲルを浸し，更に停止試液中で 15 分間放置して現像する．ゲルを水で洗う．

6．染色した SDS–ポリアクリルアミドゲルの乾燥

使用する染色方法に応じて，ゲルの前処理法が異なる．クーマシー染色したものでは，脱色後少なくとも 2 時間濃グリセリン溶液（1 → 10）中にゲルを放置する（一夜放置してもよい）．銀染色の場合には，最後の洗浄の後に濃グリセリン溶液（1 → 50）中に 5 分間浸す．

次に，多孔性のセルロースフィルム 2 枚を水に浸し，5 ～ 10 分間放置する．一方のフィルムを乾燥用枠にのせる．注意してゲルを取り上げ，そのフィルム上に置く．気泡をとり除き，ゲルの周囲に 2 ～ 3 mL の水を注ぎ，その上にもう 1 枚のフィルムをのせ，気泡を取り除く．乾燥用枠を組み立て，オーブン中又は室温で乾燥するまで放置する．

7．分子量の測定

たん白質の分子量はそれぞれの移動度を分子量既知のいくつかのマーカーたん白質のそれと比較して算出する．一様に染色するように混和された分子量既知のマーカーたん白質の混合物がゲルのキャリブレーション用に市販されている．各種の分子量範囲のものが入手できる．分子量既知のマーカーたん白質の濃厚原液を適切な試料緩衝液で希釈し，測定しようとするたん白質試料と同一のゲルに添加する．

泳動の完了後，直ちに泳動イオンの先端を確認するためマーカー色素であるブロモフェノールブルーの位置に印をつける．これにはゲルの端に切れ込みを入れる，若しくは墨汁に浸した針でゲルを刺すという方法がある．染色後，各たん白質のバンド（マーカーたん白質及び試料）について分離ゲルの上端からの移動距離を測定する．各たん白質の移動距離をマーカー色素の移動距離で割る．このようにして得られた移動距離はたん白質の（マーカー色素に対する）相対移動度と呼ばれ，R_f として表される．マーカーたん白質の相対分子量（M_r）の対数を R_f 値に対してプロットする．このグラフはわずかに S 字状になることに注意すること．未知のたん白質の分子量は直線回帰分析によって，又は未知試料で得られた相対移動度がグラフの直線部分に位置する場合には R_f に対する $\log M_r$ の曲線に内挿することによって求めることができる．

8．実施した試験の適合性（バリデーション）

分子量マーカーの先端がマーカー色素の移動距離の 80 % 部分まで移動し，また必要とされる分離範囲（例えば，目的物質とその二量体又は目的物質とその類縁物質をカバーする範囲）において，分子量の対数値と R_f 値をプロットするとき，7．に述べたような直線関係にあることが示された場合以外は，試験は無効である．その他，試料溶液についてはそれぞれの各

表 1 分離ゲルの調製

溶液の組成		各溶液の容量（mL）/ゲル容量							
		5 mL	10 mL	15 mL	20 mL	25 mL	30 mL	40 mL	50 mL
6 %アクリルアミド	水	2.6	5.3	7.9	10.6	13.2	15.9	21.2	26.5
	アクリルアミド溶液(1)	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	8.0	10.0
	1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）(2)	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100 g/L SDS(3)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100 g/L APS(4)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED(5)	0.004	0.008	0.012	0.016	0.02	0.024	0.032	0.04
8 %アクリルアミド	水	2.3	4.6	6.9	9.3	11.5	13.9	18.5	23.2
	アクリルアミド溶液(1)	1.3	2.7	4.0	5.3	6.7	8.0	10.7	13.3
	1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）(2)	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100 g/L SDS(3)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100 g/L APS(4)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED(5)	0.003	0.006	0.009	0.012	0.015	0.018	0.024	0.03
10 %アクリルアミド	水	1.9	4.0	5.9	7.9	9.9	11.9	15.9	19.8
	アクリルアミド溶液(1)	1.7	3.3	5.0	6.7	8.3	10.0	13.3	16.7
	1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）(2)	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100 g/L SDS(3)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100 g/L APS(4)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED(5)	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02
12 %アクリルアミド	水	1.6	3.3	4.9	6.6	8.2	9.9	13.2	16.5
	アクリルアミド溶液(1)	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0	12.0	16.0	20.0
	1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）(2)	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100 g/L SDS(3)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100 g/L APS(4)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED(5)	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02
14 %アクリルアミド	水	1.4	2.7	3.9	5.3	6.6	8.0	10.6	13.8
	アクリルアミド溶液(1)	2.3	4.6	7.0	9.3	11.6	13.9	18.6	23.2
	1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）(2)	1.2	2.5	3.6	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100 g/L SDS(3)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100 g/L APS(4)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED(5)	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02
15 %アクリルアミド	水	1.1	2.3	3.4	4.6	5.7	6.9	9.2	11.5
	アクリルアミド溶液(1)	2.5	5.0	7.5	10.0	12.5	15.0	20.0	25.0
	1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）(2)	1.3	2.5	3.8	5.0	6.3	7.5	10.0	12.5
	100 g/L SDS(3)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	100 g/L APS(4)	0.05	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5
	TEMED(5)	0.002	0.004	0.006	0.008	0.01	0.012	0.016	0.02

(1) アクリルアミド溶液：30 % アクリルアミド/ビスアクリルアミド（29：1）溶液
(2) 1.5 mol/L トリス溶液（pH 8.8）：1.5 mol/L トリス塩酸塩緩衝液溶液
(3) 100 g/L SDS：100 g/L ドデシル硫酸ナトリウム溶液
(4) 100 g/L APS：100 g/L 過硫酸アンモニウム溶液．過硫酸アンモニウムはフリーラジカルを生成してアクリルアミドとビスアクリルアミドの重合を促す．過硫酸アンモニウムは次第に分解するので，溶液は用時調製すること．
(5) TEMED：*N*,*N*,*N*′,*N*′–テトラメチルエチレンジアミン

表 2 濃縮ゲルの調製

溶液の組成	各溶液の容量（mL）/ゲル容量							
	1 mL	2 mL	3 mL	4 mL	5 mL	6 mL	8 mL	10 mL
水	0.68	1.4	2.1	2.7	3.4	4.1	5.5	6.8
アクリルアミド溶液(1)	0.17	0.33	0.5	0.67	0.83	1.0	1.3	1.7
1.0 mol/L トリス溶液（pH 6.8）(2)	0.13	0.25	0.38	0.5	0.63	0.75	1.0	1.25
100 g/L SDS(3)	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08	0.1
100 g/L APS(4)	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08	0.1
TEMED(5)	0.001	0.002	0.003	0.004	0.005	0.006	0.008	0.01

(1) アクリルアミド溶液：30 % アクリルアミド/ビスアクリルアミド（29：1）溶液
(2) 1.0 mol/L トリス溶液（pH 6.8）：1 mol/L トリス塩酸塩緩衝液溶液，pH 6.8
(3) 100 g/L SDS：100 g/L ドデシル硫酸ナトリウム溶液
(4) 100 g/L APS：100 g/L 過硫酸アンモニウム溶液．過硫酸アンモニウムはフリーラジカルを生成してアクリルアミドとビスアクリルアミドの重合を促す．過硫酸アンモニウムは次第に分解するので，溶液は用時調製すること．
(5) TEMED：*N*,*N*,*N*′,*N*′–テトラメチルエチレンジアミン

条中に規定される．

9．不純物の定量

各条に不純物の存在許容限度に関する規格値が規定されている場合，試料溶液を希釈して不純物の限度規格値に相当する標準溶液を調製する．例えば，限度規格値が 5 % なら，標準溶液は試料溶液を 20 倍に希釈したものになる．試料溶液から得た不純物のバンドは標準溶液から得た主バンドより濃くない．

バリデートされた条件下では，デンシトメーターを用いて主バンドに対して相対的濃度を測定することにより不純物を定量することができる．この場合，測定値に直線性が得られることを確認するバリデーションを行う必要がある．

試薬・試液

クーマシー染色試液　クーマシーブリリアントブルー R-250 125 mg を水/メタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）100 mL に溶かし，ろ過する．

現像試液　クエン酸一水和物 2 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 2.5 mL にホルムアルデヒド液 0.27 mL と水を加えて 500 mL とする．

固定試液　メタノール 250 mL にホルムアルデヒド液 0.27 mL 及び水を加えて 500 mL とする．

硝酸銀試液，銀染色用　水酸化ナトリウム試液 40 mL にアンモニア水（28）3 mL を加え，更にかき混ぜながら硝酸銀溶液（1 → 5）8 mL を滴加する．次に水を加えて 200 mL とする．

脱色試液　水/メタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）．

停止試液　酢酸（100）10 mL に水を加えて 100 mL とする．

トリクロロ酢酸試液，固定用　トリクロロ酢酸 10 g を水/メタノール混液（5：4）に溶かし，100 mL とする．

7．エンドトキシン規格値の設定

注射剤のエンドトキシン規格値は，下記の方法に従って設定される．

$$\text{エンドトキシン規格値} = \frac{K}{M}$$

ただし，

K は，発熱を誘起するといわれる体重 1 kg 当たりのエンドトキシンの量（EU/kg）であり，投与経路による区分に基づき，次の表のように設定される．

投与経路	K（EU/kg）
静脈内	5.0
静脈内：放射性医薬品	2.5
脊髄腔内	0.2

また，M は体重 1 kg 当たり 1 時間以内に投与する注射剤の最大量である．M の単位は，投与量が製剤の容量に基づく場合は mL/kg，主薬の質量に基づく場合は mg/kg 又は mEq/kg，主薬の生物学的単位に基づく場合は 単位/kg で表す．

備考 1．質量又は単位に基づいて投与する製剤では，主薬の表示量を基準としてエンドトキシン規格値を設定する．

2．成人の体重 1 kg 当たりの最大投与量を算出するとき，成人の平均体重として 60 kg を用いる．

3．体重 1 kg 当たりの小児投与量がその成人投与量よりも多いときは，小児投与量に基づいてエンドトキシン規格値を設定する．

4．上記の表に示した投与経路区分以外の経路で投与される医薬品等の K 値は，静脈内投与の K 値を準用する．

8．キャピラリー電気泳動法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

キャピラリー電気泳動法は，毛細管内の電解質液中に存在する荷電試料が直流電場の影響下で移動することに基づいた物理的な分析法である．

電場 E における移動速度は，試料の電気泳動移動度と毛細管内の緩衝液の電気浸透移動度により決まる．電気泳動移動度 μ_{ep} は試料の特性（電荷，分子の大きさと形）と緩衝液の特性（電解液の種類とイオン強度，pH，粘性及び添加剤）に依存する．球形を想定した物質の電気泳動速度 v_{ep} は，次式により与えられる：

$$v_{ep} = \mu_{ep}E = \left(\frac{q}{6\pi\eta r}\right)\left(\frac{V}{L}\right)$$

q ：粒子の有効電荷
η ：緩衝液の粘度
r ：溶質イオンの Stokes 半径
V ：電圧
L ：毛細管の全長

緩衝液で満たされた毛細管に電圧を印加すると，電気浸透流と呼ばれる溶媒の流れが毛細管内に発生する．電気浸透流の速度は毛細管内壁の電荷密度及び緩衝液の特性に依存する電気浸透移動度 μ_{eo} により決まる．電気浸透速度は次式により与えられる：

$$v_{eo} = \mu_{eo}E = \left(\frac{\varepsilon\zeta}{\eta}\right)\left(\frac{V}{L}\right)$$

ε ：緩衝液の誘電率
ζ ：毛細管内壁のゼータ電位

試料の移動速度（v）は次式により与えられる：

$$v = v_{ep} + v_{eo}$$

試料の電気泳動移動度と電気浸透移動度は試料の電荷により，同方向又は反対方向に働く．通常のキャピラリー電気泳動法では陰イオンは電気浸透流と逆方向に泳動され，移動速度は電気浸透流より遅い．陽イオンは電気浸透流と同方向に泳動され，移動速度は電気浸透流より速い．試料イオンの電気泳動速度と比べて速い電気浸透流が存在する条件下では，陽イオン，陰イオンの両者を一斉分析することが可能である．

毛細管の試料導入末端から検出部までの距離（有効長，l）を試料が移動するのに要する時間（t）は，次式により与えられる：

$$t = \frac{l}{v_{ep} + v_{eo}} = \frac{l \times L}{(\mu_{ep} + \mu_{eo})\, V}$$

通常，内面未処理の溶融シリカ毛細管は，pH 3 以上で内壁に存在するシラノール基が解離することにより負電荷を帯びる．したがって，陽極側から陰極側へと向かう電気浸透流が発生する．試料の移動速度において高い再現性を得るために電気浸透流を一定に保つ必要がある．分析の目的によっては，毛細管の内壁を修飾したり，緩衝液の濃度，組成及び pH を変えることにより電気浸透流を抑制することが必要な場合がある．

試料導入後，各試料成分イオンは，それぞれのゾーンとして電気泳動移動度に応じて電解質内を移動する．ゾーンの分散，すなわちそれぞれの試料バンドの広がりはいろいろな現象によって起こる．理想的な条件では試料ゾーンの広がりに対する唯一の原因は毛細管に沿った方向への試料成分の分子拡散（軸方向拡散）である．理想的な場合のゾーンの分離効率は，理論段数（N）として次式により表される：

$$N = \frac{(\mu_{ep} + \mu_{eo}) \times V \times l}{2 \times D \times L}$$

D：緩衝液中での試料の分子拡散

実際には，熱放散，毛細管壁への試料吸着，試料と緩衝液間の伝導率の不均一性，試料プラグ（層）の長さ，検出セルのサイズ，泳動液槽の水位差等も，ゾーンの広がりの原因となりうる．

二つのバンド間の分離（分離度 R_s として表される）は，試料の電気泳動移動度，キャピラリー内に発生する電気浸透移動度を変更して各試料イオンのゾーンの分離効率を向上することにより達成される．

$$R_s = \frac{\sqrt{N}(\mu_{epb} - \mu_{epa})}{4(\bar{\mu}_{ep} + \mu_{eo})}$$

μ_{epa} 及び μ_{epb}：分離した 2 種類の試料イオンの電気泳動移動度

$\bar{\mu}_{ep}$：2 種類の試料イオンの電気泳動移動度の平均

$$\left(\bar{\mu}_{ep} = \frac{1}{2}\left(\mu_{epb} + \mu_{epa}\right) \right)$$

装　置

キャピラリー電気泳動装置は下記のものから構成される．

（1） 電圧可変高電圧電源

（2） 規定の陽極液及び陰極液を入れ，同じ水位に保持された二つの泳動液槽

（3） 泳動液槽に浸され，電源に接続した一対の電極（陰極と陽極）

（4） 光学検出用ウインドウを設けた分離用毛細管（通常溶融石英製）．毛細管の両端は泳動液槽中に置かれる．この毛細管は各条で規定する溶液で満たされる．

（5） 適切な試料導入システム

（6） 所定の時間に毛細管の検出部を通過する目的物質の量をモニターできる検出器．通常，紫外可視吸光度測定法あるいは蛍光光度法によるが，分離目的によっては電導度測定，電流測定又は質量分析による検出も有用である．紫外吸収又は蛍光性を持たない化合物には間接的な検出法が用いられる．

（7） 再現性のよい分離が得られるように毛細管内の温度を一定に保つことのできる温度調節システムが勧められる．

（8） レコーダー及び適切なインテグレーター又はコンピューター

注入操作とその自動化は正確な定量分析のために重要である．注入方法として，落差法，加圧法あるいは吸引法及び電気的な導入法がある．電気的に導入される各試料成分の量は，各々の電気泳動移動度に依存し，この試料導入法の採否を決定する要素となる．

各条に規定された毛細管，泳動液，毛細管の分析前処理法，試料溶液及び分析条件を用いる．分析中に検出を妨害したり，気泡が発生して通電が遮断されることを防ぐため，泳動液はろ過及び脱気を行う．泳動時間について，高い再現性を得るためには，各分析法において厳密な毛細管の洗浄手順を設定しておくべきである．

1．キャピラリーゾーン電気泳動法

キャピラリーゾーン電気泳動法では，対流を防ぐ支持体を含まない緩衝液のみを満たした毛細管内で試料を分離する．この方法では，試料中のそれぞれの成分が，異なる速度で不連続のバンドとして移動することにより分離が起こる．各バンドの移動速度は毛細管内での溶質の電気泳動移動度と電気浸透流に依存する（概論参照）．シリカ表面に吸着しやすい物質の分離能を高めるために内面修飾された毛細管も使用できる．

本分離モードを用いて，低分子試料（M_r＜2000）並びに高分子試料（2000＜M_r＜100000）を分析できる．キャピラリーゾーン電気泳動法の高い分離効率により，質量電荷比がわずかしか異ならない分子間の分離も可能となる．この分離法ではキラルセレクター（chiral selectors）を分離用緩衝液に加えることによってキラル化合物の分離も可能となる．

分離の最適化

複数のパラメーターが分離に関与する場合には，分離条件の最適化が複雑になる．この分離法の条件設定では，機器及び電解質溶液が主要なパラメーターである．

機器に関するパラメーター

（1） 電圧　印加電圧及びカラム温度の決定には，ジュール熱プロットが有用である．分離時間は印加電圧に反比例する．しかし，電圧を上げると過剰な熱が発生し，毛細管内部の緩衝液の温度が上昇し泳動液の粘度にむらが生じる．結果としてバンドが広がり，分離度を低下させる．

（2） 極性　電極の極性については通常の電圧印加（試料導入側が陽極，廃液側が陰極）で，電気浸透流は陰極側へ流れる．極性を逆にした場合には電気浸透流は廃液側から導入側へ向かって発生し，電気浸透流よりも速い電気泳動移動度をもつ試料のみが検出部を通過する．

（3） 温度　温度の影響は主に，泳動液の粘度と導電率に対してみられ，移動速度に影響を与える．場合によっては毛細管温度の上昇がたん白質の立体構造を変化させ，それらの移動時間や分離効率が変化することもある．

（4） 毛細管　毛細管の寸法（長さ及び内径）は分析時間，分

離効率及び試料容量に影響を与える．全長の増加は電場を減少（定電圧時）させ，有効長及び全長の増加により泳動時間が長くなる．緩衝液と電場が一定ならば，熱放散効率は毛細管内径により異なる．したがって，それによって起こされる試料バンドの拡散は毛細管の内径によっても変化する．また，使用する検出法にもよるが，内径が変わると試料導入量が変化するため，検出限界にも影響を及ぼす．

毛細管内壁への試料成分の吸着が分離効率を低下させるため，分離法の設定で吸着を防ぐ方法を考慮する必要がある．特にたん白質を試料とする場合，吸着を防ぐいくつかの方法が工夫されている．その方法として緩衝液組成の工夫（高又は低 pH や陽イオン性添加剤の内壁への吸着）をするだけでたん白質の吸着を防ぐ方法もある．その他，たん白質と負電荷を帯びたシリカ表面との相互作用を防ぐために，毛細管内壁を共有結合によりポリマーで被覆する手法がある．この目的のために，親水性の中性ポリマーや陽イオン性又は陰イオン性ポリマーで修飾された毛細管を入手することができる．

電解質溶液に関するパラメーター

（1） 緩衝液の種類と濃度　キャピラリー電気泳動法に適した緩衝液は，使用する pH 範囲内で適当な緩衝能を持ち，また，電流発生を最少に抑えることができる低移動性のものである．

可能ならば緩衝液イオンの移動度を溶質の移動度に合わせることにより，ピーク形状のゆがみを最少にすることができる．分離効率を高め検出感度を向上するために，キャピラリー内において試料ゾーンの収束を図る上で，試料溶媒の種類も重要である．

一定の pH において緩衝液濃度を高くすると電気浸透流及び試料の移動速度は減少する．

（2） 緩衝液の pH　緩衝液の pH は，試料や添加剤の電荷及び電気浸透流に影響するので，試料の分離に影響を及ぼす．たん白質及びペプチドの分離において，緩衝液の pH を試料の等電点より高い pH から等電点より低い pH に変えることにより，試料の正味の電荷が負から正に変化することになる．一般に，緩衝液の pH を高めると電気浸透流は速くなる．

（3） 有機溶媒　試料又は泳動液添加剤の溶解度を高めたり，試料成分のイオン化度を変えるために水性緩衝液に有機溶媒（メタノール，アセトニトリルなど）を添加する場合がある．一般にこれらの有機溶媒の緩衝液への添加は電気浸透流を低下させる．

（4） キラル分離のための添加物質　光学異性体を分離するためには，泳動液にキラルセレクターを添加する．最も一般的に用いられるキラルセレクターはシクロデキストリン類であるが，クラウンエーテル類，多糖類若しくはたん白質が使用される場合もある．光学異性体の認識はキラルセレクターとそれぞれの鏡像異性体との相互作用が異なることによるため，その分離度は用いるキラルセレクターの種類により著しく異なる．内腔の大きさの異なるシクロデキストリン類（α–，β–，γ–シクロデキストリン），中性基（メチル，エチル，ヒドロキシアルキルなど）又は極性基（アミノメチル，カルボキシメチル，スルホブチルエーテルなど）を持つシクロデキストリン類を用いることができる．修飾シクロデキストリンを使用するとき，製品間で修飾率にばらつきがあるため，キラル分離に影響を及ぼすことがあるので，注意する必要がある．キラル分離で分離度に影響を与えるその他の因子として，キラルセレクターの濃度，緩衝液の組成と pH，及び分析温度がある．メタノール又は尿素のような有機系添加剤の使用も分離度に影響を与える．

2. キャピラリーゲル電気泳動法

キャピラリーゲル電気泳動法では，分子ふるい効果を持つゲルを充てんした毛細管内で分離が行われる．類似した質量電荷比を持つ分子において，分子サイズの小さい成分が大きい成分よりもゲルのネットワーク内を自由に移動できることから，小分子が大分子よりも速い速度で泳動されることで分離が達成される．キャピラリーゲル電気泳動法は類似した質量電荷比を持つ生体高分子（例えばたん白質及び DNA 断片）をそれらの分子量に従って分離できる．

ゲルの特徴

二種類のゲルが用いられる．架橋型ゲルと非架橋型ゲルである．架橋されたポリアクリルアミドゲルのような化学ゲルは，毛細管内でモノマーを重合させて調製する．通常ゲルは溶融シリカ内壁と結合しているので，毛細管を破壊しない限り取り去ることはできない．ゲルを還元条件下でたん白質の分析に使用するときは，泳動液は通常ドデシル硫酸ナトリウムを含み，試料を導入する前にドデシル硫酸ナトリウムと 2–メルカプトエタノール又はジチオスレイトールの混液と加熱して変性させる．非還元的条件の分析（例えば未変性の抗体）では，2–メルカプトエタノール及びジチオスレイトールを使用しない．架橋ゲル中での分離において（キャピラリーゾーン電気泳動法の項で述べたように），泳動液の調節やゲル調製時のアクリルアミドの濃度や架橋剤の比率を変更してゲルのポアサイズを調節することによって最適化できる．一般に，ポアサイズが小さい場合は試料の移動度も小さくなる．ゲルは強固なため試料導入は電気的方法を利用する必要がある．

流動性（非架橋型）ゲルとして，直鎖ポリアクリルアミド，セルロース誘導体，デキストランなどの水溶性ポリマーも分子ふるいの効果を有する．これらの分離媒体は，架橋型ポリマーと比べて調製が容易である．バイアル中で調製し，電気浸透流が発生しないように内壁が修飾された毛細管に圧力によって充てんすることができる．一般に試料を導入する前にゲルを交換することにより分離の再現性は高くなる．高分子量のポリマー（一定の濃度で）を使うか，ポリマー濃度（一定の分子量で）を低くすることで，ゲルのポアサイズを大きくすることができる．ゲルのポアサイズを小さくすると同一緩衝液では試料の移動度は小さくなる．これらのポリマーは緩衝液に溶解しても粘性は低いので，試料の導入は落差法及び電気的導入法のいずれでも行える．

3. キャピラリー等電点電気泳動法

等電点電気泳動法では，分離緩衝液に溶解した広範囲の等電点（pI）を持つ両性電解質（ポリアミノカルボン酸）により形成された pH 勾配中で，試料分子はその pI 以外のところでは電荷を持つため電場の影響下で移動する．

等電点電気泳動法の三つの基本的なステップは，試料添加（loading），集束（focusing）及び移動（mobilization）である．

（1） 試料添加　二つの方法を利用できる．

（i） ワンステップ添加：試料を両性電解質と混和し，加圧又は吸引により毛細管に導入する．

（ii） 連続的な添加：リーディング緩衝液（leading buffer），両性電解質，両性電解質と混和した試料，両性電解質，最後にターミナル緩衝液（terminating buffer）の順に毛細管に導入

する．試料の容量は pH 勾配を乱さないように少量でなければならない．

（2） 集束　電圧を印加すると，両性電解質はそれぞれの電荷により陰極あるいは陽極へと移動し，陽極（低い pH）から陰極（高い pH）へ pH 勾配が形成される．同時に分離する成分は，それらの等電点（pI）に対応する pH のところに移動し，集束すると電流が著しく低下する．

（3） 移動　分離した成分のバンドを検出部まで移動させる．三種の方法を利用できる：

（i） 第 1 の方法では，電気浸透流により集束中に成分移動が達成される．ただし，成分を集束させるために電気浸透流を小さくする必要がある．

（ii） 第 2 の方法では，集束終了後に圧力を用いて移動させる．

（iii） 第 3 の方法では，集束終了後に陰極又は陽極側の泳動液（移動させたい方向により選択）に塩類を加えて電圧を印加すると毛細管中の pH が変化し，成分が移動する．pH が変化するにつれてたん白質と両性電解質は塩類を加えた液槽の方向へ移動し，検出器を通過する．

得られる分離は pH 勾配（$\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x$），異なる等電点を持つ両性電解質の数，分子拡散係数 D，電場の強さ E 及びその pH における試料の電気泳動移動度の変化（$-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH$）から ΔpI により表すことができる．

$$\Delta pI = 3\sqrt{\frac{D\left(\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x\right)}{E\left(-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH\right)}}$$

最適化

分離条件を決定する主要なパラメーターを以下に示す．

（1） 電圧　キャピラリー等電点電気泳動法では集束時に 300～1000 V/cm の高電場を利用する．

（2） 毛細管　試料を検出部まで移動させる方法（上記参照）によっては電気浸透流を消失若しくは最小限に抑えなければならない．内面修飾された毛細管は電気浸透流を抑えるものが多い．

（3） 溶液類　陽極槽には等電点が最も酸性の両性電解質の等電点より低い pH の液を満たし，陰極槽には最も塩基性の両性電解質の等電点より高い pH の液を満たす．陽極側にはリン酸が，陰極側には水酸化ナトリウムがしばしば使用される．

両性電解質液にメチルセルロースのようなポリマーを添加すると，粘性が増すことによって対流や電気浸透流が抑制される．市販の両性電解質にはいろいろな pH 範囲のものがあり，広い pH 範囲が必要なときには，混和して使用する．広い pH 範囲は試料の等電点を推定するために用い，狭い範囲のものは測定精度を上げるために用いられる．標準たん白質マーカーの等電点と移動時間の関係から pH を校正することができる．

必要ならば，グリセリン，界面活性剤，尿素，両性イオン緩衝剤等を緩衝液に添加することにより等電点でたん白質が沈殿することを防ぐことができる．しかし，尿素は濃度によってはたん白質を変性させてしまう．

4. ミセル動電クロマトグラフィー（MEKC）

ミセル動電クロマトグラフィー（MEKC）では，臨界ミセル濃度（*cmc*）以上の濃度で界面活性剤を含む電解質溶液中で分離が行われる．試料分子は水性緩衝液とミセルからなる疑似固定相へ，試料の分配係数に基づいて分配される．したがって，この方法は電気泳動とクロマトグラフィーの両者の特徴を有する．MEKC は，キャピラリー電気泳動の効率，スピード及び装置への適応性を兼ね備え，かつ中性及び荷電した試料の両者の分離に利用できる電気泳動法である．MEKC で最も広く用いられる界面活性剤は陰イオン性のドデシル硫酸ナトリウム（SDS）であるが，セチルトリメチルアンモニウム塩のような陽イオン性界面活性剤も用いられる．

MEKC における分離のメカニズムは以下のとおりである．中性及びアルカリ性 pH においては，強い電気浸透流が発生し，泳動液は陰極方向に移動する．SDS を用いると負電荷を持つミセルは電気的に逆の陽極方向へ移動する．その結果，泳動液に比べてミセルの移動速度は遅くなる．中性物質の場合には，ミセルと水性緩衝液の間で分配が起こり，電気泳動されないため，その移動速度はミセルと水性緩衝液間の分配係数のみに依存する．電気泳動図において，中性物質由来のピークは常に電気浸透流マーカーのピークとミセルのピークの間に存在する（これらの二つのピーク間は separation window と呼ばれる）．電荷を持つ試料の場合，その移動速度はミセルと水性緩衝液間の分配係数とミセルが存在しない場合の電気泳動移動度との両者に依存する．

中性又は弱くイオン化した試料の MEKC における分離原理は本質的にはクロマトグラフィーであるので，試料の移動度と分離は試料の（k'），すなわちミセル中の溶質のモル数と移動相中のモル数の比である質量分布比（D_m）で一般化することができる．

$$k' = \frac{t_\mathrm{R} - t_0}{t_0\left(1 - \dfrac{t_\mathrm{R}}{t_\mathrm{mc}}\right)} = K\frac{V_\mathrm{S}}{V_\mathrm{M}}$$

t_R：試料の移動時間

t_0：保持されない物質の移動時間（ミセルに取り込まれない電気浸透流マーカー，例えばメタノールの移動時間）

t_mc：ミセルの移動時間（ミセルに常時取り込まれて，ミセルと共に移動するズダンⅢ（Sudan Ⅲ）のようなミセルマーカーの移動時間）

K：試料の分配係数

V_S：ミセル相の容積

V_M：移動相の容積

同様に，2 種類の隣接して移動する試料間の分離度（R_S）は次式で得られる：

$$R_\mathrm{S} = \frac{\sqrt{N}}{4} \times \frac{\alpha - 1}{\alpha} \times \frac{k'_\mathrm{b}}{k'_\mathrm{b} + 1} \times \frac{1 - \left(\dfrac{t_0}{t_\mathrm{mc}}\right)}{1 + \left(\dfrac{t_0}{t_\mathrm{mc}}\right)k'_\mathrm{a}}$$

N：一方の成分の理論段数

α：選択性

k'_a，k'_b：両成分の質量分布比（$k'_\mathrm{b} > k'_\mathrm{a}$）

同様の関係から，電気的に荷電した試料に対する k' 値及び R_S 値が得られる．

最適化

MEKC における分析条件を決定する際に考えられる主なパラメーターとして以下に示すものがある．

機器に関するパラメーター

（1） 電圧　分析時間は電圧に反比例する．しかし電圧を上げると熱を発生し，毛細管の断面で熱及び粘度の勾配が生じる．この効果はミセルを含むような高導電性の泳動液で著しく起こりやすい．熱放散が不十分な場合にはゾーンの拡散を引き起こし，分離度が低下する．

（2） 温度　毛細管の温度の変動は試料の緩衝液とミセルへの分配係数，臨界ミセル濃度及び泳動液の粘度に影響を及ぼす．これらのパラメーターは試料の移動時間に影響する．適切な冷却システムを用いることで試料の移動時間の再現性が改善される．

（3） 毛細管　キャピラリーゾーン電気泳動法におけるように，毛細管の寸法（長さ及び内径）が分離時間及び分離効率に影響を与える．有効長及び全長を長くすると（定電圧下では）電場が低くなり，移動時間が長くなるため分離効率が向上する．内径は（同一泳動液及び同一電場下で）熱放散に関与し，結果として試料ゾーンの拡散に関わる．

電解質溶液に関するパラメーター

（1） 界面活性剤の種類と濃度　界面活性剤の種類はクロマトグラフィーの固定相と同様に分離の選択性を変えるので分離度に影響を与える．界面活性剤の濃度の増加に伴い，中性化合物の log k' 値は直線的に増加する．k' が $\sqrt{t_m/t_0}$ 値に近づくと MEKC における分離度は最大に達するので，移動相中の界面活性剤の濃度が変わると分離度は変化する．

（2） 緩衝液の pH　pH はイオン化していない試料の分配係数を変えないが，コーティングしていない毛細管中の電気浸透流を変化させる．MEKC において，pH が下がると電気浸透流が減少し，そのため分析時間が長くなり，中性試料の分離度が向上する．

（3） 有機溶媒類　疎水性化合物の MEKC における分離を改善するため，電解質溶液にメタノール，プロパノール，アセトニトリルなどを添加することができる．これらの溶媒の添加により一般に移動時間及び分離の選択性が減少する．有機溶媒の添加は臨界ミセル濃度に影響を与える．有機溶媒濃度を高くするとミセル形成が阻害されるので，MEKC の分配メカニズムが失われるような高濃度では使用できない．高濃度の有機溶媒の存在によるミセルの消失が必ずしも分離を不可能にするということではなく，イオン性の界面活性剤モノマーと中性の試料との疎水性相互作用により電気泳動的に分離可能な親溶媒性の複合体が形成される場合もある．

（4） 光学分離用添加物質　MEKC で光学異性体を分離するためにはキラルセレクターを界面活性剤と共有結合させたり，泳動液に添加するなどしてミセル分離系に加える．光学識別できる部位を持つミセルには *N*-ドデカノイル-L-アミノ酸塩，胆汁酸塩などがある．光学活性体の分離は，光学認識能のない界面活性剤を含む電解質溶液にシクロデキストリン類のようなキラルセレクターを添加することによっても達成される．

（5） その他の添加剤　泳動液に化学物質を添加して，選択性を変更させる方法がいくつかある．数種のシクロデキストリン類を添加してミセルと疎水性試料間の相互作用を競合させ，選択性を高めることもできる．

ミセルに吸着する化合物を加えて試料とミセル間の相互作用を調節し，MEKC における分離を改善できる．これらの添加剤にイオン性あるいは非イオン性の他種の界面活性剤を添加して混合ミセルを形成したり，ミセルに溶けて試料と錯体形成が可能な金属陽イオンを加えることもできる．

定量分析

ピーク面積は，以下の理由から対応するピークの泳動時間で除することにより正しい面積を求める．

（1） 分析ごとの移動時間の変動によるピークレスポンスの補正

（2） 異なる泳動時間で観察される試料成分間のレスポンスの補正

内標準物質を使用する場合は，定量しようとする物質のピークが内標準物質のピークと重ならないことを確認する．

計　算

得られた値から目的成分の含量を算出する．処方されている試料の場合は，測定しようとする一成分又は複数成分の含量 % を，溶媒や添加剤以外の全ピークの補正した総面積に対する目的ピークの面積 % として求める．自動積分システム（インテグレーター又はデータ読み込み処理装置）の使用が推奨される．

適合性パラメーター

キャピラリー電気泳動システムのチェックには適合性パラメーターを使用する．これらのパラメーターは用いるキャピラリー電気泳動法の分離モードにより選択する．質量分布比（k'，ミセル動電クロマトグラフィーの場合のみ），理論段数（N），シンメトリー係数（A_S）及び分離度（R_S）がある．N 及び R_S に関する理論的説明は上述のとおりであるが，電気泳動図から次式によってこれらのパラメーターを算出することができる．

理論段数

$$N = 5.54 \left(\frac{t_R}{w_h}\right)^2$$

t_R：目的成分のピークの移動時間又は試料導入点から目的成分のピークの頂点から垂直に下ろした点までのベースラインに沿った距離

w_h：ピークの半値幅

分離度

ほとんど同じピーク高さを持つ 2 種類の成分間の分離度（R_S）は次の式で表される．

$$R_S = \left(\frac{1.18\ (t_{R2} - t_{R1})}{w_{h1} + w_{h2}}\right)$$

$$t_{R2} > t_{R1}$$

t_{R1}，t_{R2}：泳動時間又は試料注入点から隣り合う二つのピークのそれぞれの頂点から垂直に下した各線のベースラインに沿った各点までの距離

w_{h1}，w_{h2}：各ピークの半値幅

一部分離しているピークの場合は二つのピーク間の谷の高さ（H_v）と小さい方のピークの高さ（H_p）を測定し，その比を計算して分離度を算出してもよい．

$$p/v = \frac{H_p}{H_V}$$

ピークの対称性

ピークの対称性を示すシンメトリー係数は次式により計算することができる：

$$A_S = \frac{w_{0.05}}{2d}$$

$w_{0.05}$：ピーク高さの 1 / 20 におけるピーク幅

d：ピーク頂点から垂直に下した点とピーク高さの 1 / 20 におけるピークの立ち上がり部分との距離

面積の再現性（面積又は面積と移動時間の比の標準偏差）及び移動時間の再現性（移動時間の標準偏差）の試験を適合性パラメーターに加えるべきである．移動時間の再現性は，毛細管の洗浄操作の適合性の試験になる．移動時間の再現性が低い場合には，内標準物質との相対移動時間を用いて再現性を補うことができる．

標準試料に対する S/N 比を調べる（又は定量限界の測定）試験も有用である．

シグナル－ノイズ比

検出限界値及び定量限界値はそれぞれ S/N 比 3 以上及び 10 以上に相当する．S/N 比は次式を用いて計算する．

$$\mathrm{S/N} = \frac{2H}{h}$$

H：規定の標準試料溶液で得られた電気泳動図中の目的成分に相当するピークの高さ，ピークトップから半値幅の 20 倍に相当する範囲から推定できるベースラインまでの距離を測定する．

h：ブランクの注入後に得られた電気泳動図で，規定の標準試料溶液から得られた泳動図中のピークの半値幅の 20 倍に相当する時間範囲で，かつこのピークが現れる位置の前後の範囲を観察したときの，バックグラウンドの幅．

9. 固体又は粉体の密度

集合体としての固体又は粉体の密度は，粒子間及び粒子内部に存在する微細な空隙部分の体積の評価方法により，異なる定義がなされ，それぞれ異なる数値が与えられ，かつ実用上の意味も異なる．通常，固体又は粉体の密度は三つのレベルで定義される．

（1） 結晶密度：空隙のない均一系とみなされ，真密度とも称される．

（2） 粒子密度：開口部のない空隙，又は気体により置換されない粒子内細孔も固体又は粉体の体積として評価される．

（3） かさ密度：粉体層内に形成される空隙部分も固体又は粉体の体積として評価されることから，みかけ密度とも称される．通常，疎充てん時の粉体の密度をかさ密度，タップ充てん時の密度をタップ密度と定義される．

一般に，液体や気体の密度は温度と圧力のみに依存するが，固体又は粉体の密度は分子又は粒子の集合状態に依存する．したがって，固体又は粉体の密度は，当該物質の結晶構造，結晶化度によって変化することはもちろんであるが，試料が非晶質であるか，その一部が非晶質である場合，試料の調製法又は処理法によって変化する．したがって，二つの固体又は粉体が化学的には同一物質であっても，それらの固体構造が違えば，異なる密度を与える．固体又は粉体粒子の密度は，粉末状医薬品及び医薬品原料の重要な物理的特性であることから，日本薬局方では，粒子密度は「粉体の粒子密度測定法」，かさ密度は「かさ密度及びタップ密度測定法」として，それぞれの密度測定法を規定している．

固体又は粉体の密度は，単位体積当たりの質量（kg/m^3）であり，通例，g/cm^3 で表す（1 g/cm^3 = 1000 kg/m^3）．

結晶密度（Crystal Density）

ある物質の結晶密度とは，分子の充てん配列（molecular packing arrangement）の基本部分（fundamental part）に属さない，すべての空隙を除いた単位体積当たりの平均質量である．これはその物質の特定の結晶構造に固有な特性であり，測定法に依存しない．結晶密度は，計算又は簡単な測定によって求めることができる．

A．計算による結晶密度は，以下の方法によって求められる．

1）例えば，単結晶の X 線回折データ又は粉末 X 線回折データの指標化によって得られる結晶学的データ（体積と単位格子の組成）

2）当該物質の分子量

B．測定による結晶密度は，単結晶の質量と体積の測定により，その比（質量/体積）として与えられる．

粒子密度（Particle Density）

粒子密度は，結晶密度に加えて粒子内の空隙（粒子内部の閉じた空隙，及び開孔部はあるが気体が浸入できない空隙）も粒子体積の一部と評価して求められる密度である．すなわち，粒子密度は測定された体積に依存するが，体積の評価は測定法に依存する．粒子密度の測定は，気体置換型ピクノメータ法によるか又は水銀圧入法によるが，日本薬局方では「粉体の粒子密度測定法」として，ピクノメータ法を規定している．

A．ピクノメータ法による密度は，気体置換型ピクノメータを用いて，質量既知の粉体の体積を置換された気体の体積に等しいものと評価することにより求める．ピクノメータ法による密度の測定においては，気体の浸入が可能な開孔部のある空隙は粉体の体積とみなされないが，気体が浸入できない密閉状態にある空隙は粉体の体積の一部とみなされる．ヘリウムは拡散性が高く，開孔部のあるほとんどの空隙に浸入できるため，粒子密度測定用気体として推奨される．したがって，細かく粉砕された粉体のピクノメータ法による粒子密度は，一般には結晶密度とあまり違わない．このため，この方法による粒子密度は，非晶質又は部分的に結晶性である試料の真密度の最良の推定値とみなされ，製造工程中にある医薬品粉末の製造管理に広く役立てることができる．

B．水銀圧入法による粒子密度は，顆粒密度とも呼ばれる．この方法を用いて測定される体積も，密閉状態にある空隙は固体又は粉体の体積の一部とみなされるが，ある限界的な大きさ以上の開孔部のある空隙は固体又は粉体の体積には含まれない．この限界空隙径（pore size limit），すなわち

最小浸入径（minimal access diameter）は，測定中に加えられた水銀の最大浸入圧に依存し，通常の操作圧力下では，水銀はヘリウムならば浸入できる非常に微細な空隙には浸入し得ない．この方法を用いる場合，適用する水銀浸入圧を変えることで，それぞれの浸入圧における限界空隙径に対応した密度が測定できるので，一つの試料から種々の顆粒密度が得られることになる．

かさ密度及びタップ密度（Bulk Density and Tapped Density）

粉体のかさ密度は，粒子間の空隙も粉体体積の一部と評価して求められる．したがって，かさ密度は粉体の粒子密度と粉体層中での粒子の空間配列に依存する．また，粉体のかさ密度は粉体層のわずかな揺動によっても，その空間配列が変化するため，再現性よくかさ密度を測定することは極めて難しい．したがって，かさ密度の測定値を示す場合，どのようにして測定したか，その測定条件を明記することが重要である．

日本薬局方では「かさ密度及びタップ密度測定法」を規定している．

A. かさ密度は，ふるいを通してメスシリンダー中へ注入した質量既知の粉体の体積（かさ体積）を測定することにより求められる（定質量法）．別に日本薬局方では，一定容量（かさ体積）の粉体の質量を測定することにより，かさ密度を求める方法（定容量法）も規定している．

B. タップ密度は，粉体試料を入れた測定用メスシリンダーを機械的にタップすることにより求められる．初期のかさ体積を測定した後，メスシリンダーを一定の測定条件（タップ速度及び落下高さ）の下で機械的にタップし，連続する二つの測定間での体積変化が許容範囲内となるまで測定を繰り返す（定質量法）．別に日本薬局方では，タップ充てんされた一定容量（かさ体積）の粉体の質量を測定することにより，タップ密度を求める方法（定容量法）も規定している．

10. 最終滅菌医薬品の無菌性保証

「最終滅菌法及び滅菌指標体」に示すように，最終滅菌を適用できる医薬品には，通例，10^{-6} 以下の無菌性保証水準が得られる条件で滅菌を行わなければならない．10^{-6} 以下の無菌性保証水準は，物理的及び微生物学的手法に基づく滅菌工程のバリデーションを通して証明できるものであり，滅菌製品の無菌試験によって証明できるものではない．本節では，最終滅菌を適用した製品に対して無菌試験を実施せず，滅菌工程の重要管理項目を適正に管理することによって製品を出荷させるパラメトリックリリース（照射滅菌の場合は，ドジメトリックリリースという）に必要な事項を示す．パラメトリックリリースとは，滅菌機構が十分に解明されており，その重要管理項目も明らかで，適切なバイオロジカルインジケーターを用いてその滅菌工程を微生物学的にバリデートできるときに適用できる方法である．

1. 定義

本節で用いる用語の定義は，以下のとおりである．

1.1 最終滅菌

被滅菌物が最終容器又は包装におさまった状態で滅菌され，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測できる滅菌法をいう．

1.2 バリデーション

工程が恒常的にあらかじめ定めた規格に適合していることを示すための計画，実施及び記録とその解釈のために必要なデータを得るための方法を文書化したもの．

1.3 定期的再バリデーション

工程が恒常的にあらかじめ定めた規格に適合していることを定期的に再確認するために実施するバリデーションで，変動要因やその許容条件が引き続き目的とする品質に適合する医薬品を恒常的に製造するために妥当であることを検証すること．

1.4 設備適格性の確認

製造設備，計測器，製造環境制御設備等の設備が適切に選定され，正しく据え付けられ，設定された仕様に適合して稼働することを設備の据付け時及び運転時に確認すること．

1.5 稼働性能適格性の確認

工程管理手順書に従って操作したとき，機器が保証され，規格に適合する製品を製造する証拠が得られていることを物理的，化学的及び微生物学的に確認すること．

1.6 滅菌工程を支援するシステム

酸化エチレンガス滅菌におけるプレコンディショニング設備及びエアレーション設備，高圧蒸気滅菌における蒸気供給設備，放射線滅菌におけるローディング装置等の滅菌装置に付帯する設備をいう．

1.7 品質システム

品質管理を実施するために必要となる製造業者の組織構造（責任，権限及び相互関係），手順，及び経営方法をいう．

1.8 変更管理システム

工程管理が継続的に実施されていることを保証するため，医薬品の品質に影響をもたらす可能性のあるすべての変更事項を対象として評価するように立案設計されたシステムをいう．

1.9 F_0値

D 値を 10 倍変化させる温度変化の度数として定義される Z 値を 10 ℃ と仮定し，全加熱工程の致死係数（L）を積分して得られた滅菌熱量を T_b における換算時間（分）で表したもの．

$$L = \log^{-1}\frac{(T_0 - T_b)}{Z} = 10^{\frac{(T_0 - T_b)}{Z}}$$

T_0 ： 滅菌器内又は滅菌物内の温度

T_b ： 滅菌基準温度（121 ℃）

$$F_0 = \int_{t_0}^{t_1} L\,\mathrm{d}t$$

$t_1 - t_0$ = 処理時間（分）

1.10 制御装置

計測可能な物理的パラメーター（温度，湿度，圧力，時間，線量等）を制御する装置，計測機器及び記録計等を含む装置/計器の総称

1.11 パラメトリックリリース

最終製品の試験結果によるものではなく，バリデーションの結果を基にして，滅菌工程の重要パラメーター（温度，湿度，圧力，時間，線量等）及び製造記録等を照査して，出荷の可否を判断すること．

2. 滅菌バリデーション

2.1 実施対象

無菌医薬品の製造業者（以下，「製造業者」という）は，品質システムを確立した上で，原則として以下の項目について該当する品目の滅菌バリデーションを実施し，滅菌バリデーションの結果に基づいて日常の滅菌工程管理を行うこと．

a）滅菌工程

b）滅菌工程を支援するシステム

2.2 滅菌バリデーション手順書

2.2.1 製造業者は，滅菌工程管理の手順に関して，次に掲げる事項を定めた「滅菌バリデーション手順書」を作成しなければならない．

a）バリデーション責任者の業務範囲及び権限に関する事項

b）滅菌バリデーションの実施時期に関する事項

c）滅菌バリデーション計画書の作成，変更及び承認等に関する事項

d）滅菌バリデーション実施結果の報告，判定及び承認に関する事項

e）滅菌バリデーションに関する書類の保管に関する事項

f）その他，必要な事項

2.2.2 滅菌バリデーション手順書には，制定者及び制定年月日並びに改訂した場合には，改訂者，改訂年月日，改訂事項及び改訂理由を記載すること．

2.2.3 製造業者は，滅菌バリデーション手順書の内容についての改廃に係わる手続きを明確にした上で，滅菌バリデーション手順書を適切に管理すること．

2.3 バリデーション責任者

製造業者は，滅菌バリデーションに係わる責任者をおくこと．責任者は，滅菌バリデーション手順書に基づき，次の各号に掲げる業務を行うこと．

2.3.1 滅菌バリデーション手順書に基づき製造しようとする品目について，滅菌バリデーションの実施計画書を作成する．実施計画書には，滅菌バリデーションの実施内容を考慮した上で，次の事項を定める．

a）対象医薬品名（品目名）

b）当該滅菌バリデーションの目的

c）期待される結果

d）検証の方法（検証結果の評価方法を含む）

e）検証の実施期間

f）滅菌バリデーションを行う者（担当者）の氏名

g）計画書の作成者及び作成年月日並びに改訂した場合には，改訂者，改訂年月日，改訂事項及び改訂理由

h）当該滅菌バリデーションに関する技術的条件

i）その他当該滅菌バリデーションの実施に必要な事項

2.3.2 前号に定める計画書に従い，次の滅菌バリデーションを実施する．

a）製造業許可及び製造品目追加（変更）許可を取得する際に実施する滅菌バリデーションの実施項目

1 製品適格性の確認

2 設備適格性の確認

1）据付け時適格性の確認

2）運転時適格性の確認

3 稼働性能適格性の確認

1）物理的稼働性能適格性の確認

2）微生物学的稼働性能適格性の確認

b）製造業許可更新時までに実施する滅菌バリデーション

1 変更時の再バリデーション

2 定期的再バリデーション（実施項目等は滅菌方法等を考慮して定めること）

2.3.3 滅菌バリデーションの結果を判定し，無菌性を保証していることを確認する．

2.3.4 滅菌バリデーションの結果を製造管理者に対して文書により報告する．

2.3.5 日常の滅菌工程管理を行う．

3. 微生物の管理プログラム

パラメトリックリリースを採用する場合，製品原料，容器/栓及び滅菌前製品中のバイオバーデン管理が重要である．バイオバーデン数をあらかじめ定められた方法及び頻度によって測定し，必要に応じて検出された微生物の性状検査，当該滅菌法に対する抵抗性を調べる．また，医薬品製造区域における環境微生物の評価方法については，「無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法」を参照すること．

4. 滅菌指標体

滅菌工程の管理又は滅菌の指標として使用されるもので，バイオロジカルインジケーター（BI），ケミカルインジケーター（CI）及び線量計などがある（最終滅菌法及び滅菌指標体参照）．滅菌指標体を使用する際には，環境及び人体への安全性を考慮し，必要に応じて適切な注意を払うこと．滅菌バリデーション及び日常の工程管理に使用する BI は，その仕様を規定し，文書化すること．日常の工程管理に BI を用いる場合には，その形状，製品又は模擬製品への負荷形態等は，微生物学的稼働性能適格性の確認を行う際に用いたものと同一又は同等以上の抵抗性を持つことが確認されたものでなければならない．

5. 変更管理システムの確立

滅菌に係わる品質に大きな影響を及ぼす滅菌装置，載荷形態及び滅菌条件等の変更は，当該医薬品のパラメトリックリリース条件の変更に該当する．滅菌バリデーション手順書に変更管理システムを定め，あらかじめ特定した変動要因の変更に当たっては，変動要因やその許容条件が引き続き目的とする品質に適合する医薬品を恒常的に保証することが妥当であることを検証しなければならない．また，バリデートされた滅菌工程での変更を実施するに先立ち，適切な責任組織より当該変更の実施についての承認を受ける必要がある．

6. 出荷手順

最終滅菌製品のパラメトリックリリースによる出荷に必要な条件を明記した出荷手順書を作成すること．出荷に当たって評価すべき記録としては，以下のものが含まれる．

なお，滅菌法によっては，これらの項目の一部を省略又は緩和できる．

a）バッチ記録

b）製造環境の微生物評価データ

c）原料，滅菌前製品のバイオバーデンデータ

d）滅菌指標体に関するデータ

e）滅菌工程及び滅菌工程を支援するシステムの維持管理に関するデータ

f）滅菌パラメーターの管理に関するデータ

g）計器の校正に関するデータ

h）再バリデーションデータ
i）その他

7．重要管理項目

各滅菌法における重要管理項目を示す．

7.1　高圧蒸気滅菌

高圧蒸気滅菌は，滅菌チャンバー内で適当な温度及び圧力まで飽和水蒸気を発生，又は導入し，所定の時間加熱することにより，微生物を殺滅する方法で，被滅菌物へ直接飽和蒸気を暴露させる飽和蒸気滅菌と，アンプルなどの容器内の液体に外部より湿熱エネルギー又は高周波エネルギーを当てる非飽和蒸気滅菌に大別される．

7.1.1　重要管理項目

医薬品の滅菌に係わる品質に影響を及ぼす工程パラメーターを特定し，それぞれのパラメーターの許容変動域を規定した工程管理手順書を作成すること．高圧蒸気滅菌における重要管理項目を以下に示す．

a）熱履歴（通例，F_0 値で表示）
b）温度
c）圧力
d）時間
e）製品の載荷形態/載荷密度
f）その他，必要な事項

7.1.2　ユーティリティ

高圧蒸気滅菌に必要なユーティリティ及び制御装置については，その品質及び精度を定めること．

a）使用する蒸気の品質
b）滅菌器の中に圧戻し等のため導入する空気の品質
c）冷却のため用いる水の品質
d）温度制御装置の精度
e）圧力制御装置の精度
f）時間制御装置の精度
g）その他

7.2　酸化エチレンガス滅菌

酸化エチレンガスは，低温下での滅菌が可能で，一般に被滅菌物を損傷することは少ないが，毒性を有するためその取り扱いには細心の注意が必要である．滅菌工程はプレコンディショニング，滅菌サイクル及びエアレーションからなる．プレコンディショニングとは，滅菌サイクルに先立ち，部屋又は容器内において温度及び相対湿度を仕様の範囲に達するように製品を処理する工程をいい，滅菌サイクルは，実際の滅菌工程を指し，空気除去，コンディショニング（使用する場合），滅菌ガスの注入，滅菌状態の維持，滅菌ガスの除去，空気置換からなる．エアレーションとは，滅菌器内又は別の場所で残留酸化エチレンガスを除去する工程をいう．

7.2.1　重要管理項目

酸化エチレンガス滅菌における重要管理項目を以下に示す．

7.2.1.1　プレコンディショニング（行う場合）

a）時間，温度，湿度
b）製品の載荷形態/載荷密度
c）滅菌載荷の温度及び/又は湿度
d）プレコンディショニング終了から滅菌開始までの時間
e）その他，必要な事項

7.2.1.2　コンディショニング

a）減圧を行うならば，到達圧と所要時間
b）減圧保持時間
c）時間，温度，圧力，湿度
d）滅菌載荷の温度と湿度
e）その他，必要な事項

7.2.1.3　滅菌サイクル

a）滅菌ガス導入による圧力上昇，導入時間，最終圧力
b）酸化エチレンガス濃度（滅菌器内ガス濃度の直接分析が望ましいが，困難な場合には以下の方法も許容される）
　i）使用するガスの質量
　ii）使用するガスの容積
　iii）初期減圧度とガス投入圧からの換算式採用
c）滅菌器内の温度
d）滅菌載荷物の温度
e）作用時間（暴露時間）
f）製品の載荷形態/載荷密度
g）BI の設置点及び培養結果
h）その他，必要な事項

7.2.1.4　エアレーション

a）時間，温度
b）載荷滅菌物の温度
c）滅菌容器及び/又はエアレーション室内の圧力変化
d）エアレーション室内の空気又は他のガスの変化率
e）その他，必要な事項

7.2.2　ユーティリティ

酸化エチレンガス滅菌に必要なユーティリティ及び制御装置については，その品質及び精度を定めること．

a）酸化エチレンガスの品質
b）注入する蒸気又は水の品質
c）滅菌終了後，置換する空気の品質
d）BI の品質
e）温度制御装置の精度
f）圧力制御装置の精度
g）湿度制御装置の精度
h）時間制御装置の精度
i）その他

7.3　放射線滅菌

放射線滅菌とは，電離放射線の照射によって微生物を殺滅する方法をいう．電離放射線には，^{60}Co や^{137}Cs などの放射性同位元素から放射されるガンマ（γ）線と電子加速器から発生する電子線や制動放射線（X 線）がある．γ 線は二次的に発生する電子で細胞を死滅させるのに対し，電子線は電子加速器から直接発生する電子で細胞を死滅させる．そのため，一般に，電子線滅菌の処理時間は γ 線滅菌に比べ短いが，γ 線に比べ透過力が劣るため，被滅菌物の密度や厚みを十分考慮する必要がある．放射線滅菌の場合，滅菌工程の管理手段は主として線量計（dosimeter）を用いて被滅菌物への吸収線量の測定にあるので，ドジメトリックリリースという．

7.3.1　重要管理項目

放射線滅菌における重要管理項目を以下に示す．

7.3.1.1　γ 線照射

a）照射時間（タイマー設定又はコンベア速度）
b）吸収線量
c）製品の載荷形態
d）その他，必要な事項

7.3.1.2 電子線及び X 線照射

a）電子ビーム特性（平均電子ビーム電流，電子エネルギー，走査幅）

b）コンベア速度

c）吸収線量

d）製品の載荷形態

e）その他，必要な事項

7.3.2 ユーティリティ

照射装置及び線量測定システムは，国家標準にトレーサブルな校正を行い，精度限界内に維持されていることを確認するために計画的に校正を行うこと．

7.3.2.1 γ 線照射施設において校正の必要な項目

a）サイクル時間又はコンベア速度

b）質量計

c）線量測定システム

d）その他

7.3.2.2 電子線及び X 線照射施設において校正の必要な項目

a）電子ビーム特性

b）コンベア速度

c）質量計

d）線量測定システム

e）その他

参考資料

1）バリデーション基準について，薬発第 158 号，厚生省，1995 年

2）滅菌バリデーション基準について，医薬監第 1 号通知，厚生省，1997 年

3）医療用具の品質確保基準，薬発第 1128 号，厚生省，1994 年

4）ISO 9000 Series（品質保証の国際規格）

5）ISO 11134（工業用高圧蒸気滅菌）

6）ISO 11135（エチレンオキサイド滅菌）

7）ISO 11137（放射線滅菌）

8）ISO 11138（バイオロジカルインジケーター）

9）ISO 11140（ケミカルインジケーター）

10）ISO 11737-1（微生物試験法－バイオバーデン試験法）

11）USP ＜1222＞ Terminally Sterilized Pharmaceutical Products-Parametric Release

11．最終滅菌法及び滅菌指標体

滅菌とは，物質中のすべての微生物を殺滅又は除去することである．これには，最終滅菌法とろ過法がある．最終滅菌法が適用可能な製品には，加熱法，照射法又はガス法の中から各滅菌法の長所・短所を十分理解した上で，被滅菌物の性質及び包装を含む製品の適合性に応じて，適当な滅菌法を選択する．滅菌装置据付け（滅菌工程の設計・開発を含む）後，その工程が科学的根拠や妥当性をもって設計どおりに正しく稼働しているかどうかを空荷時及び被滅菌物負荷時において検証しなければならない．滅菌工程の確立後，その工程を正しく管理し，定期的に装置類の適格性を証明しなければならない．

最終滅菌法を適用するに当たっては，被滅菌物のバイオバーデンを定期的又は一定滅菌単位ごとに測定し，被滅菌物当たりのバイオバーデンを把握しておかなければならない．バイオバーデンの測定法等については，ISO 基準（ISO 11737-1）を参照すること．最終滅菌法を適用できる製品には，通例，10^{-6} 以下の無菌性保証水準が得られる条件で滅菌を行う．滅菌の適否は，適切な滅菌工程管理を行い，次いでそれぞれの滅菌法に適した適切な滅菌指標体を使用し，必要に応じて無菌試験の結果によって判定する．最終滅菌法を適用できない液状製品の滅菌には，ろ過法を用いる．なお，医薬品の製造機器及び製造環境並びに医薬品各条に規定された微生物関連試験法等を実施する際に必要な微生物の殺滅方法については，「微生物殺滅法」を参照すること．

1．定義

本法で用いる用語の定義は，以下のとおりである．

最終滅菌法：被滅菌物が最終容器又は包装におさまった状態で滅菌され，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測できる滅菌法をいう．

製品：製造の中間工程で造られるものであって，以後の製造工程を経ることによって最終製品となるものを含む被滅菌物をいう．

バイオバーデン：被滅菌物に生存する微生物の数と種類をいう．

無菌性保証水準：適切な滅菌工程で処理された滅菌製品中に存在が推定される汚染菌の最大生存確率をいう．10^{-n} で表される．

完全性試験：細菌チャレンジ試験によって測定されるフィルターのろ過滅菌性能を非破壊的な方法で予測する方法をいう．

D 値：微生物の死滅率を表す値で，供試微生物の 90 % を死滅させ，生存率を 1/10 に低下させるのに要する時間（Decimal Reduction Time）又は 1/10 に低下させるのに要する線量（Decimal Reduction Dose）をいう．

滅菌指標体：滅菌工程の管理又は滅菌の指標として使用されるもので，バイオロジカルインジケーター（BI：Biological indicator），ケミカルインジケーター（CI：Chemical indicator）及び線量計などがある．

2．最終滅菌法

2.1 加熱法

加熱法とは，熱によって微生物を殺滅する方法をいう．

（ⅰ） 高圧蒸気法

高圧飽和水蒸気中で微生物を殺滅する方法をいう．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として温度，水蒸気圧及び時間がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度，水蒸気圧及び時間を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

（ⅱ） 乾熱法

加熱乾燥気体で微生物を殺滅する方法をいう．通例，バッチ式乾熱滅菌器又は連続式乾熱滅菌器が用いられる．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として温度及び時間がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度及び時間を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

2.2 照射法

電離放射線の照射によって微生物を直接的に殺滅する放射線

法と，高周波の照射によって発生する熱で微生物を殺滅する高周波法がある．

（ⅰ） 放射線法

電離放射線には，^{60}Co などの放射性同位元素から放射されるガンマ（γ）線と電子加速器から発生する電子線や制動放射線（X 線）がある．本法は，熱に不安定な製品にも適用できるが，品質変化を考慮する必要がある．滅菌線量は，従来 25 kGy が広く用いられているが，被滅菌物のバイオバーデン数を測定し，平均バイオバーデン数と標準抵抗性分布をもとに滅菌線量を算出する ISO 基準（ISO 11137）の方法 1，バイオバーデン数を測定しないで，累加線量照射ごとの無菌試験結果から生残する微生物の抵抗性を求め，滅菌線量を算出する ISO 基準（ISO 11137）の方法 2 及びバイオバーデン数と最も抵抗性の強い菌の D 値をもとに滅菌線量を算出する Log 法（5.3 項参照）などがある．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として線量（吸収線量）がある．したがって，γ 線滅菌の工程管理においては，適切な頻度で線量（吸収線量）測定の他，操作因子である照射時間（コンベア速度，サイクルタイム）を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として線量制御機構が含まれていなければならない．電子線滅菌又は制動放射線滅菌の場合は，上記のほかに加速電圧，ビーム電流及びビーム走査幅のモニターが必要である．

（ⅱ） 高周波法

高周波を直接照射し，発生する熱によって微生物を殺滅する方法をいう．通例，2450 ± 50 MHz の高周波が用いられる．本法は，密封容器に充てんされた液状又は水分含量の多い製品に適用される．ガラス製又はプラスチック製容器にあっては，容器内の内圧の上昇によって破損したり，変形することがあるので，熱及び内圧に耐えられる容器を使用する必要がある．高周波法において発生する電波漏洩については，人体や通信などに影響のないレベルにしなければならない．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として被滅菌物の温度，処理時間及び高周波出力がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度，時間及び高周波出力を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

2.3 ガス法

滅菌ガスとしては，酸化エチレン（EO）ガスが広く用いられている．EO ガスは，爆発性があるため，通例，二酸化炭素などで 10 ～ 30 % に希釈して用いられる．EO ガスは，反応性の強いアルキル化剤であるので，EO ガスと反応又は EO ガスを吸収しやすい製品の滅菌には適用できない．また，EO ガスは，変異原性などの残留毒性があるので，EO ガス滅菌を施した製品については，出荷までにエアレーション等により残留 EO ガスや他の二次生成有毒ガス濃度を安全レベル以下に下げる必要がある．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として温度，湿度，ガス濃度（圧力）及び時間がある．したがって，通常の滅菌工程管理においては，温度，湿度，ガス濃度（圧力）及び時間を常時モニターすべきであり，滅菌装置の仕様として含まれていなければならない．

3. ろ過法

適切な材質の滅菌用フィルターを用い，微生物を除去する方法をいう．なお，細菌より小さい微生物のろ過滅菌は本法の対象とはしない．一般に，滅菌を目的とした滅菌用フィルターは，膜の有効ろ過面積（cm^2）当たり，適切な条件下で培養された指標菌 *Brevundimonas diminuta*（ATCC 19146，NBRC 14213，JCM 2428）又はこれより小さな適当な菌を 10^7 個以上をチャレンジして，二次側に無菌ろ液の得られることが必要である．本法は，滅菌に影響を及ぼす要因として，ろ過圧力，流量及びフィルターユニットの特性などがある．したがって，通常のろ過滅菌工程管理においては，使用後（必要に応じて使用前にも）に滅菌フィルターの完全性試験を行わなければならない．

4. 滅菌指標体

4.1 バイオロジカルインジケーター（BI）

BI とは，特定の滅菌法に対して強い抵抗性を示す指標菌を用いて作られたものであり，当該滅菌法の滅菌条件の決定及び滅菌工程管理に使用される．ドライタイプの BI は，担体によって 2 種類に分類される．一つは，ろ紙，ガラス又はプラスチックなどを担体とし，指標菌の芽胞を塗布乾燥して包装したもの，一つは，製品又は類似品を担体とし，指標菌の芽胞を塗布乾燥したものである．包装材としては，乾熱法では熱伝導性の優れたもの，ガス法と高圧蒸気法では，ガス又は飽和水蒸気の透過性の優れたものを用いなければならない．いずれの担体を用いる場合にも，指標菌の芽胞の D 値に影響がないことを確認しなければならない．製品が液状の場合，製品と同一の溶液又は指標菌に対する滅菌効果が同等の溶液に指標菌の芽胞を懸濁させてもよい．ただし，溶液に指標菌の芽胞を懸濁させた場合，芽胞が発芽して抵抗性に影響を及ぼさないようにしなければならない．

代表的な指標菌の例を表 1 に示す．

表 1 代表的な指標菌の種類

滅菌法	指標菌*	株名
高圧蒸気法	*Geobacillus stearothermophilus*	ATCC 7953，NBRC 13737，JCM 9488，ATCC 12980，NBRC 12550，JCM 2501
乾熱法	*Bacillus atrophaeus*	ATCC 9372，NBRC 13721
ガス法	*Bacillus atrophaeus*	ATCC 9372，NBRC 13721

* これら以外にもバイオバーデンの中から当該滅菌法に対し，最も抵抗性の強い菌を指標菌として使用できる．

4.1.1 BI の D 値

D 値の測定法は，一般に生残曲線法又はフラクションネガティブ法（Stumbo，Murphy & Cochran 法 や Limited Spearman–Karber 法など）がある．市販 BI を使用するに当たっては，ラベルに表示されている D 値が ISO 基準（ISO 11138–1）に従って，厳密に規定された条件下で，標準化された生物指標評価装置（BIER：Biological indicator evaluation resistometer）を用いて測定されたものであれば，通常，使用時に D 値を測定する必要はない．通例，ラベルに表示されている D 値は，±30 秒間以内のばらつきが許容される．

4.1.2 BI の設置方法

（ⅰ） 被滅菌物がドライタイプの場合

ドライタイプの BI をあらかじめ決められた製品又は製品と同等の滅菌効果を示す適切な類似製品内の最も滅菌されにくい部位に設置する．通例，製品と同様に包装し，二次包装などがなされている場合はそれに従う．

（ⅱ） 被滅菌物がウエットタイプの場合

製品と同一の溶液又は適切な類似溶液に指標菌の芽胞を BI

として懸濁させ，これを最も滅菌されにくい部位に設置する．

4.1.3 指標菌の培養条件

通常，ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を用いる．一般的な培養条件は，*G. stearothermophilus* の場合は 55 ～ 60 ℃ で 7 日間，*B. atrophaeus* は 30 ～ 35 ℃ で 7 日間である．

4.2 ケミカルインジケーター（CI）

CI とは，熱，ガス又は照射の作用を化学又は物理変化によって変色する物質を塗布又は印刷した紙片などで，用途別に 3 種類のタイプに分類される．一つは，滅菌処理の有無を区別するために用いられるもの，一つは，BI の死滅条件にある程度の安全時間を加えた滅菌条件で色が変化する滅菌工程の管理に用いるもの，もう一つは，真空型滅菌装置の真空排気能力試験を行う場合に用いる Bowie & Dick タイプのものである．

4.3 線量計

放射（γ）線法においては，滅菌効果は被滅菌物の吸収線量に依存するので，滅菌工程の管理手段は，主として吸収線量の測定による．線量計の設置位置は，照射容器の最低線量部位又は最低線量部位に対して量的関係が明らかにされている管理しやすい部位とする．測定は，照射ロットごととし，同一ロットを形成する照射容器数が多い場合には，照射室内の有効照射区間内に常に 1 個以上の線量計を使用する．線量計によっては，照射の前後及び照射中の環境条件（温度，湿度，紫外線及び読み取りまでの時間など）に影響される場合もあるので注意を要する．γ 線及び制動放射線滅菌の吸収線量を測定する実用線量計としては，着色ポリメチルメタクリレート線量計，透明ポリメチルメタクリレート線量計，セリックセラス線量計及びアラニン線量計などがある．γ 線滅菌用線量計は，通例，エネルギー 3 MeV 未満の電子線を用いる滅菌の工程管理には適さない．電子線滅菌用線量計としては，セルロースアセテート線量計やラジオクロミックフィルム線量計などがある．実用線量計を使用する場合は，適切な国家標準又は国際標準線量計測システムを用いた測定結果に遡及できる校正をしなければならない．

5. 微生物を指標とした滅菌条件の設定法

被滅菌物の滅菌法に対する特性，バイオバーデン等を考慮に入れ，以下の中から適当な方法を選び，滅菌条件を設定する．

5.1 ハーフサイクル法

被滅菌物上に存在するバイオバーデン数や検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性とは関係なく，BI に含まれる 10^6 個の指標菌のすべてが死滅する処理時間の 2 倍の滅菌時間を採用する方法をいう．

5.2 オーバーキル法

被滅菌物上に存在するバイオバーデン数や検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性とは関係なく，10^{-6} 以下の無菌性保証水準が得られる条件で滅菌を行うことを前提としている．通例，D 値が 1.0 以上の菌数既知の BI を用い，指標菌を 12 べき乗（12 D）減少させるに等しい滅菌条件を採用する方法をいう．

5.3 BI とバイオバーデン併用法

広範なバイオバーデン調査によって得られた平均バイオバーデン数に 3 倍の標準偏差を加えたものを，通例，最大バイオバーデン数と見なし，目標とする無菌保証水準を基に，BI を用いて滅菌時間（又は滅菌線量）を算出する方法をいう．本法を用いる場合は，被滅菌物のバイオバーデン数を頻繁に調査し，検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性測定も定期的に実施する必要がある．バイオバーデン調査において，BI の指標菌より抵抗性の強い菌種が検出された場合には，それを指標菌とする．

$$\text{滅菌時間（又は滅菌線量）} = D \times \log \frac{N_0}{N}$$

D：BI の D 値

N：目的とする無菌性保証水準

N_0：被滅菌物の最大バイオバーデン数

5.4 絶対バイオバーデン法

被滅菌物や製造環境から検出された菌について，当該滅菌法に対する抵抗性調査を行い，その中から最も抵抗性の強い菌を選び，その D 値を用い，被滅菌物のバイオバーデン数を基に滅菌条件を設定する方法をいう．バイオバーデン数は，通例，広範なバイオバーデン調査によって得られた平均バイオバーデン数に 3 倍の標準偏差を加えたものが用いられる．本法を採用する場合には，日常のバイオバーデン管理において，菌数計測及び検出菌の当該滅菌法に対する抵抗性測定を頻繁に行う必要がある．

参考資料

医療製品の滅菌に関する主な ISO 基準：

1） ISO 11134 Industrial moist heat sterilization（工業用高圧蒸気滅菌）
2） ISO 11135 Ethylene oxide sterilization（エチレンオキサイド滅菌）
3） ISO 11137 Radiation sterilization（放射線滅菌）
4） ISO 11138 Biological indicators（バイオロジカルインジケーター）
5） ISO 11140 Chemical indicators（ケミカルインジケーター）
6） ISO 11737 Microbiological methods（微生物試験法）
Part 1：Estimation of population of microorganisms on products
（パート 1：バイオバーデン試験法）

12. 錠剤の摩損度試験法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

錠剤の摩損度試験法は，剤皮を施していない圧縮成型錠の摩損度を測定する方法である．ここに記載した試験手順はほとんどの圧縮成型錠に適用できる．摩損度の測定は，錠剤の硬度など他の物理的強度の測定を補足するものである．

内径 283 ～ 291 mm，深さ 36 ～ 40 mm の内面が滑らかな透明な合成樹脂製で，静電気をおびにくいドラムを用いる（典型的な装置については図参照）．ドラムの一方の側面は取り外しができる．錠剤はドラムの中央から外壁まで伸びている内側半径 75.5 ～ 85.5 mm の湾曲した仕切り板に沿ってドラムの回転ごとに転がり落ちる．中心軸リング部の外径は 24.5 ～ 25.5 mm とする．ドラムは，25±1 rpm で回転する装置の水平軸に取り付けられる．したがって，錠剤は各回転ごとに転がりあるいは滑ってドラム壁にあるいは他の錠剤の上に落ちる．

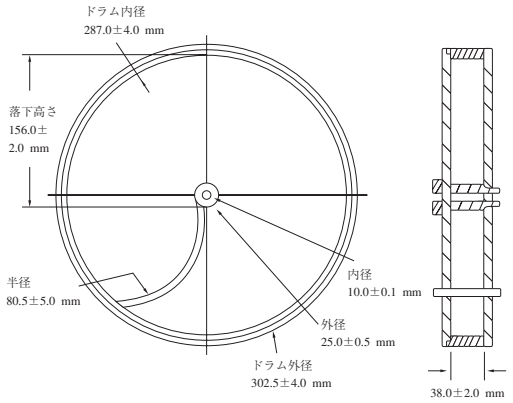
1 錠の質量が 650 mg 以下のときは，6.5 g にできるだけ近い量に相当する *n* 錠を試料とする．1 錠の質量が 650 mg を超えるときは 10 錠を試料とする．試験前に注意深く錠剤に付着している粉末を取り除く．錠剤試料の質量を精密に量り，ドラムに入れる．ドラムを 100 回転させた後，錠剤を取り出す．試験開始前と同様に錠剤に付着した粉末を取り除いた後，質量を精密に量る．

通常，試験は 1 回行う．試験後の錠剤試料に明らかにひび，割れ，あるいは欠けの見られる錠剤があるとき，その試料は不適合である．もし結果が判断しにくいとき，あるいは質量減少が目標値より大きいときは，更に試験を 2 回繰り返し，3 回の試験結果の平均値を求める．多くの製品において，最大平均質量減少（3 回の試験の）が 1.0 % 以下であることが望ましい．

もし錠剤の大きさや形によって回転落下が不規則になるなら，錠剤が密集状態にあっても錠剤同士が付着して錠剤の自由落下を妨げることのないよう，水平面とドラムの装置下台との角度が約 10° になるよう装置を調整する．

発泡錠やチュアブル錠は，異なった摩損度を示す．吸湿性の錠剤の場合には，適切に湿度が調節された条件が試験のために必要である．

多くの試料を同時に試験できるよう仕切り板を 2 つ持ったドラムや 2 つ以上のドラムを備えた装置を利用してもよい．



13. 製薬用水の品質管理

医薬品の製造，容器や設備等の洗浄などに使用される水を製薬用水と称する．製薬用水の品質を恒常的に確保するためには，要求される品質の水が供給されることを適切なバリデーションで検証するとともに，日常の水質管理によりそれを保証し続けることが重要である．

製薬用水の種類

① 常水

「常水」の規格は，日本薬局方の医薬品各条に収載されており，水道水質基準（水道法第 4 条）に適合するほか，アンモニウム「0.05 mg/L 以下」に適合することが求められている．常水を井水又は工業用水などから各施設において製造する場合は，適切な処理と管理を行うことにより，日本薬局方が定める「常水」の規格に適合させる必要がある．また，長時間保存して用いる場合は，微生物の増殖防止を図る必要がある．

常水は，「精製水」や「注射用水」製造用の原水として用いられるほか，原薬中間体の製造や製薬関連設備の予備洗浄にも用いられる．

② 精製水

「精製水」の規格は，日本薬局方の医薬品各条に収載されている．精製水は，原水として常水を用い，イオン交換，蒸留，逆浸透（RO：Reverse Osmosis）又は分子量 6000 以上の物質を除去できる限外ろ過（UF：Ultra Filtration）などを，単独若しくは組み合わせて製造する．精製水には，微生物の発育を阻止する成分が含まれていないため，適切な微生物管理が必要である．特に，イオン交換，逆浸透又は限外ろ過を用いるときは，それぞれに対応した微生物の発育抑制法を実施するか又は定期的な殺菌処理を行う．

殺菌，薬剤による微生物の発育抑制又はエンドトキシン含有量を適切な管理基準内に維持するための処理を行った精製水については，目的に応じた規格を定め，規格に適合した水質を維持するための適切な管理を行う．精製水を滅菌したものを「滅菌精製水」と称する．

③ 注射用水

「注射用水」の規格は，日本薬局方医薬品各条に収載されている．注射用水は，原水として常水又は精製水を用い，蒸留，逆浸透，分子量 6000 以上の物質を除去できる限外ろ過又はこれらの組合せによる処理を経て，最終的に蒸留法，又は長期間にわたるバリデーションと綿密な日常管理により，蒸留法により製した水と同等の品質が恒常的に実現できることを保証された超ろ過法により製造する．注射用水には微生物の発育を阻止する成分が含まれていないので，微生物及びエンドトキシンに関する厳密な管理が必要である．エンドトキシンについては規格値として 0.25 EU/mL 未満であることが要求される．

製薬用水の選択

製薬用水は，日本薬局方に定める上記の製薬用水中から使用の目的に応じて，最終製品の品質を保証でき，製造過程で支障をきたさないものを選択する．その選択基準（仕込み水の場合）の例を表 1 に示す．

微生物やエンドトキシンによる汚染が許されない無菌製剤の製造には，注射用水を使用する．点眼剤と眼軟膏剤の製造には，注射用水又は精製水を用いる．非無菌製剤の製造には，精製水以上の品質の水を用いる．ただし，非無菌製剤で微生物汚染に注意を払わなければならない液剤，軟膏剤，懸濁剤，乳剤，坐剤，エアゾール剤などには，製剤中の保存剤などの影響を加味しながら，微生物学的に適切に管理された品質の水を用いる．また，直接的に製品に接する設備表面や容器などの予備洗浄水は，常水以上の品質の水とするが，最終リンス水は仕込み水と同じ品質の水とする．

原薬用の製薬用水の選択に際しては，その原薬が用いられる製剤の特性，製剤工程を考慮し，最終製剤の品質が適切な水準に維持されるように選択しなければならない．原薬の製造に用いる水及び直接的に製品に接する設備表面や容器の洗浄水は，合成や抽出のプロセスの初期の段階であっても，常水以上の化学物質や微生物が管理された品質の水とする．最終の精製工程では，精製水以上の品質の水を用いる．製品に直接接触する設備表面や容器などの最終リンス水も仕込み水と同じ品質の水を用いる．また，無菌原薬の製造用水には，注射用水を用いる．エンドトキシン管理が必要な製剤に使用する原薬で，後の工程にエンドトキシンの除去工程がない場合は，同様に注射用水又

表 1　製薬用水の選択基準（仕込み水）

区分	製薬用水区分	適用区分	備考
製剤	注射用水	注射剤，点眼剤，眼軟膏剤	
	精製水	点眼剤，眼軟膏剤	微生物汚染に注意する必要のある点眼剤，眼軟膏剤については，滅菌又は超ろ過などの処理によって微生物を管理した精製水を用いること．
		エアゾール剤，液剤，エキス剤，エリキシル剤，カプセル剤，顆粒剤，丸剤，懸濁剤・乳剤，坐剤，散剤，酒精剤，錠剤，シロップ剤，浸剤・煎剤，貼付剤，チンキ剤，トローチ剤，軟膏剤，パップ剤，芳香水剤，リニメント剤，リモナーデ剤，流エキス剤，ローション剤，経皮吸収型製剤	微生物汚染に注意すべき液剤，軟膏剤，懸濁剤，乳剤，エアゾール剤などは，微生物学的に適切な管理を行った精製水を用いること．
原薬	注射用水	無菌原薬，製剤工程で無菌化する原薬	
	精製水	一般原薬，製剤工程で無菌化する原薬，原薬中間体	製剤工程で無菌化する原薬の製造において，後工程で脱エンドトキシン処理がない場合は，エンドトキシンを管理した低エンドトキシンの精製水を用いること．
	常水	原薬中間体	

はエンドトキシンを適切な水準に管理した精製水を用いる．

製薬用水の品質管理

3.1　概要

製薬用水の日常管理及び定期的管理を実施する上では，初期に製薬用水の製造システム（製薬用水システム）のバリデーションで要求される品質の水が製造されることが十分に実証されていることが前提となる．これが満たされている場合は，以下の管理方法が許容される．

日常管理項目については，導電率及び有機体炭素（TOC）の管理が非常に有用であり，定期的管理項目については，その製薬用水の使用目的によって，上記に加えていくつかの化学物質，生菌数，エンドトキシン及び微粒子数などを管理する．これらの測定頻度は，水質の安定性を考慮して決定する．

以下，特に留意すべき微生物学的管理事項並びに導電率及び有機体炭素（TOC）の管理事項について示す．その他の管理項目についても同様に配慮し，製薬用水の規格に適合する品質の水とすること．

3.2　サンプリング

製薬用水システムが良好な管理下にあり，許容される品質の水を連続的に製造できていることを保証するのに十分な頻度でモニタリングを行う．サンプルは，製薬用水の製造工程及び供給システム内の代表的な箇所から採取し，採取したサンプルが製薬用水システムを反映するように特に注意する．通常は実際に採水する口がこれに相当する．製薬用水システムのバリデーションデータに基づいてサンプリング頻度を確立する．製薬用水システムのサンプリング計画においては，採取する水に求められている品質特性を十分に考慮し，システムの重要な測定対象をカバーすることが重要である．特に微生物学管理においては，各採水口において条件が異なっていることに留意する．

3.3　警報基準値（アラートレベル）と処置基準値（アクションレベル）

製薬用水システムにおいては，その設計仕様内で運転を続けたときに，許容される品質の水が製造されていることを確かめるために，微生物その他の品質のモニタリングを行い，得られたモニタリングデータを警報基準値，処置基準値，その他のプロセスの管理値及び製薬用水の規格の限度値と比較する．このように，警報基準値及び処置基準値は，適否の判定というよりもむしろプロセスの制御のために使用される．

警報基準値（アラートレベル）の定義

この値を超えたときは，プロセスがその正常な運転状態から逸脱するおそれがあることを示すものである．警報基準値は，警告を与えるものであり，その値を超えても是正措置は必ずしも必要としない．なお，警報基準値は，過去の傾向分析による平均値 + 2σ 又は処置基準値の 70 %（生菌数は 50 %）以下のうち，小さい方の値とするのが一般的である．

処置基準値（アクションレベル）の定義

この値を超えたときは，プロセスがその正常な運転範囲内から逸脱したことを示す値である．処置基準値を超えたときは，正常な運転範囲内へ引き戻すための是正措置を講じなければならない．

警報基準値及び処置基準値は，プロセス及び製品の規格許容範囲内で確立し，技術的観点及び製品品質面からの総合的な考察に基づいて設定すること．したがって，警報基準値及び処置基準値を超えても，必ずしも製品の品質が損なわれるものではない．

3.4　微生物モニタリング

製薬用水システムの微生物モニタリング・プログラムの主目的は，製造した水の微生物学的品質悪化を事前に予知し，製品の品質に悪影響を及ぼすことを防ぐことである．したがって，存在する微生物のすべてを検出する必要はないが，成長の遅い微生物を含めできるだけ広範囲の菌を検出できるようなモニタリング手法を採用する必要がある．

以下に，培養法による製薬用水システムの微生物モニタリング手法を示す．迅速微生物検出法を採用する場合は，得られる生菌数が培養法と同等以上であることをあらかじめ確認しておく必要がある．

3.4.1　培地及び培養条件

水中には，栄養源の乏しい環境にも適応している多数の従属栄養型の中温性細菌が存在する．従属栄養型の細菌は，製薬用水システムにおいてバイオフィルムの形成による水質劣化をもたらすことが多いため，貧栄養菌の増殖に優れた R2A カンテン培地を用いて水質をモニターすることが有用である．一方，日常の微生物モニタリングにおいては，標準カンテン培地を用いて 30 ～ 35 ℃ で比較的短時間で増殖可能な一般細菌を計測し，製薬用水システムの微生物学的品質変動を傾向的に把握する方法も広く用いられている．

表 2 製薬用水の生菌数評価法

方法	製薬用水		
	常水	バルク精製水	バルク注射用水
計測方法	平板混釈法又はメンブランフィルター法	平板混釈法又はメンブランフィルター法	メンブランフィルター法
最少試料量	1.0 mL	1.0 mL	100 mL
培地	標準カンテン培地	R2A カンテン培地，標準カンテン培地	R2A カンテン培地，標準カンテン培地
培養期間	標準カンテン培地：48 ～ 72 時間 （又はそれ以上）	R2A カンテン培地：4 ～ 7 日間 （又はそれ以上） 標準カンテン培地：48 ～ 72 時間 （又はそれ以上）	R2A カンテン培地：4 ～ 7 日間 （又はそれ以上） 標準カンテン培地：48 ～ 72 時間 （又はそれ以上）
培養温度	標準カンテン培地：30 ～ 35 ℃	R2A カンテン培地：20 ～ 25 ℃ 又は 30 ～ 35 ℃ 標準カンテン培地：30 ～ 35 ℃	R2A カンテン培地：20 ～ 25 ℃ 又は 30 ～ 35 ℃ 標準カンテン培地：30 ～ 35 ℃

表 2 に生菌数の評価に用いる計測方法，最少試料量，培地，培養条件の一例を示す．

3.4.2 培地性能試験

R2A カンテン培地の性能試験には次に記す菌株若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用する．培地性能試験前にこれらの菌株を滅菌精製水中に接種し，20 ～ 25 ℃ に 3 日間おく．

Methylobacterium extorquens：NBRC 15911

Pseudomonas fluorescens：NBRC 15842，ATCC 17386 など

精製水中で飢餓状態にした菌液を更に滅菌精製水で希釈し，1 mL 当たり 50 ～ 200 cfu 前後の生菌数を含む菌液を調製する．使用する R2A カンテン培地に 1 mL を接種し，20 ～ 25 ℃ 又は 30 ～ 35 ℃ で 4 ～ 7 日間培養したときに，十分な接種菌数の回収が認められなければならない．

標準カンテン培地の性能試験には，次に記す菌株若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用する．使用する標準カンテン培地に 1 mL を接種し，30 ～ 35 ℃ で 48 時間培養したとき，十分な接種菌数の回収が認められなければならない．

黄色ブドウ球菌（*Staphylococcus aureus*）：ATCC 6538，NCIMB 9518，CIP 4.83 又は NBRC 13276

緑膿菌（*Pseudomonas aeruginosa*）：ATCC 9027，NCIMB 8626，CIP 82.118 又は NBRC 13275

大腸菌（*Escherichia coli*）：ATCC 8739，NCIMB 8545，CIP 53.126 又は NBRC 3972

3.4.3 製薬用水システムの微生物に対する処置基準値

製薬用水システムに対して一般的に適正と考えられる処置基準値は下記のとおりである．精製水及び注射用水に対する処置基準値は，R2A カンテン培地を用いての値とする．

各種製薬用水に対する生菌数の処置基準値

常水：100 cfu/mL（水道法の基準による）

精製水：100 cfu/mL

注射用水：10 cfu/100 mL

（cfu：colony-forming units）

バリデーション及び日常管理においてこれらの処置基準値を超えた場合には，検出された分離菌の性状検査を行い，システムの殺菌・消毒を施す必要がある．

3.5 理化学的モニタリング

製薬用水システムの理化学的なモニタリングは，通例，導電率及び有機体炭素（TOC）を指標として行われる．導電率のモニタリングによれば，混在する無機塩類の総量の概略を知ることができ，TOC 量のモニタリングによれば，混在する有機物の総量を評価することができる．これらの理化学的モニタリングは，基本的に日本薬局方一般試験法に規定される導電率測定法及び有機体炭素試験法を準用して行われるが，モニタリングのための試験には医薬品各条の試験とは異なる側面があることから，以下にはそれぞれの一般試験法で対応できない部分に対する補完的事項を記載する．なお，各製造施設において，導電率及び TOC を指標とするモニタリングを行う場合，それぞれの指標について適切な警報基準値及び処置基準値を設定し，不測の事態に対する対応手順を定めておく必要がある．

3.5.1 導電率を指標とするモニタリング

モニタリング用の導電率測定は，通例，流液型セル又は配管挿入型セルを用いてインラインで連続的に行われるが，採水口その他，製薬用水システムの適切な場所よりサンプリングし，浸漬型セルを用いてバッチ試験として行うこともできる．以下に，製薬用水システムの運転管理に当たり，導電率試験の結果をどのように判断して運転の可否を決定するか，標準温度（20 ℃）で測定が行われる場合と標準温度以外の温度で測定が行われる場合につき，それぞれの指針を示す．

（1） 標準温度（20 ℃）でモニタリングを行う場合

日本薬局方の導電率測定法は，通例，標準温度（20 ℃）での測定を求めているが，補正式を用いることにより 20±5 ℃ の温度範囲での測定も許容している．「精製水」及び「注射用水」について標準温度での導電率モニタリングを行う場合，推奨される許容導電率（処置基準値）は，下記のとおりである．

・処置基準値 1.0 μS/cm（20 ℃）

なお，上記の許容導電率の設定は，インラインでのモニタリングを想定しているが，バッチ試験として行う場合，この基準値を変更することができる．

（2） 標準温度以外の温度でモニタリングを行う場合

標準温度以外の温度での導電率測定により水質をモニターしようとする場合，下記の 3 段階法を適用する．なお，下記に示す方法は米国薬局方（USP 28，2005）の General Chapter ＜645＞ WATER CONDUCTIVITY に整合させたものであり，導電率測定の温度及び試料の pH により異なる許容導電率を定め，3 段階（第一段階～第三段階）の対応を求めることとしている．

第一段階

1．非温度補償型の導電率測定装置を用いる場合，導電率の他に水の温度も測定する．

2．表 3 から，測定温度又は表にあるそのすぐ下の温度における導電率を求め，その値を測定温度における許容導電率とする．

3．測定された導電率が，許容導電率以下であれば，導電率

試験適合とする．もし許容導電率を超えるようであれば，第二段階に進む．

表 3　第一段階　異なる測定温度における許容導電率*

温度(℃)	許容導電率 (μS/cm)	温度(℃)	許容導電率 (μS/cm)
0	0.6		
5	0.8	55	2.1
10	0.9	60	2.2
15	1.0	65	2.4
20	1.1	70	2.5
25	1.3	75	2.7
30	1.4	80	2.7
35	1.5	85	2.7
40	1.7	90	2.7
45	1.8	95	2.9
50	1.9	100	3.1

*温度非補償型の装置を用いた導電率測定に対して適用する．

第二段階

1．十分な量の試料を適当な容器にとり，かき混ぜる．温度を調節し（25±1℃），試料を激しくかき混ぜながら，経時的に導電率測定を行う．大気中の二酸化炭素の吸収による 5 分間当たりの導電率変化が 0.1 μS/cm 以下であれば，その値を（大気と平衡状態にある試料の）導電率とする．

2．（大気と平衡状態にある試料の）25℃ における導電率が 2.1 μS/cm 以下であれば，導電率試験適合とし，それ以上であれば，第三段階へと進む．

第三段階

1．試料温度を 25±1℃ に維持しながら，第二段階の 1 による導電率測定を 5 分以内に終了する．その試料 100 mL につき，飽和塩化カリウム水溶液 0.3 mL を加えた後，0.1 pH 単位までの pH 測定を行う．

2．表 4 から，測定された pH における許容導電率を求める．測定された導電率が，この許容導電率より小さければ，その水は導電率試験適合とする．許容導電率より大きいか又は試料の pH が 5.0 ～ 7.0 の範囲から外れる場合には，その水は導電率試験不適合と判定する．

表 4　第三段階　異なる pH における許容導電率*

pH	許容導電率 (μS/cm)	pH	許容導電率 (μS/cm)
5.0	4.7		
5.1	4.1	6.1	2.4
5.2	3.6	6.2	2.5
5.3	3.3	6.3	2.4
5.4	3.0	6.4	2.3
5.5	2.8	6.5	2.2
5.6	2.6	6.6	2.1
5.7	2.5	6.7	2.6
5.8	2.4	6.8	3.1
5.9	2.4	6.9	3.8
6.0	2.4	7.0	4.6

*25℃ の大気と平衡にある試料のみに適用する．

3.5.2　有機体炭素（TOC）を指標とするモニタリング

超ろ過法で製造される「注射用水」の有機体炭素（TOC）の規格限度値は「500 ppb 以下」とされているが，製薬用水の各製造施設は，製薬用水システムの運転管理に当たり，別途警報基準値と処置基準値を定めて TOC モニタリングを行うことが望ましい．推奨される TOC の処置基準値は，下記のとおりである．

・処置基準値　≦ 300 ppb（インライン）
　　≦ 400 ppb（オフライン）

水道水質基準（水道法第 4 条）によれば，TOC の許容基準値は「5 ppm 以下」であるが，上記の管理基準を考慮し，常水についても各製造施設において適切な警報基準値及び処置基準値を設けて TOC モニタリングによる水質管理を実施することが望ましい．

日本薬局方では有機体炭素試験法を定めており，通例，これに適合する装置を用いて TOC の測定を行うが，高純度の水を原水として用いる場合に限り，米国薬局方（USP 28，2005）の General Chapter ＜643＞ TOTAL ORGANIC CARBON 又は欧州薬局方（EP 5.0，2005）の Methods of Analysis 2.2.44. TOTAL ORGANIC CARBON IN WATER FOR PHARMACEUTICAL USE に定める装置適合性試験に適合する装置を製薬用水システムの TOC モニタリング用装置として用いることもできる．

ただし，二酸化炭素を試料水から分離せずに測定した有機物分解前後の導電率の差から有機体炭素量を求める方式の装置は，試料水中にイオン性の有機物質が含まれている場合，若しくは窒素，イオウ又は塩素等のハロゲン原子を含む有機物が含まれている場合には，マイナス又はプラスの影響を受けることがあるので，測定対象の製薬用水の純度や装置の不具合発生時の汚染リスクに応じて適切な装置を選択する．

3.6　注射用水の保存

注射用水の保存については，微生物の増殖を抑制する加熱循環等の処置を行うと共に，汚染並びに品質劣化のリスクを考慮し，バリデーションに基づいて保存時間を適切に設定する．

14．第十五改正日本薬局方における国際調和

日本薬局方，欧州薬局方（The European Pharmacopoeia）及び米国薬局方（The United States Pharmacopeia）での調和合意に基づき規定した一般試験法及び医薬品各条は，次のとおりである．

薬局方調和事項の欄には薬局方調和合意文書の調和事項を，第十五改正日本薬局方の欄には第十五改正日本薬局方の項目名等を記載する．備考欄には，第十五改正日本薬局方と，薬局方調和事項との差違等を必要に応じて記載する．

なお，各表の冒頭に記載した調和年月は当該一般試験法及び医薬品各条が調和された年月を示している．また，調和事項の改正を行った場合は，（　）内に Rev. 及び改正回数を記載する．

調和年月：2004 年 10 月（Rev. 2）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Residue on Ignition/Sulphated Ash Test	**2.44 強熱残分試験法**	
（Introduction）	（前書き）	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明 日本薬局方医薬品各条における記載事項に関する説明等
Procedure	操作法	

調和年月：2003 年 11 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Specific Surface Area	**3.02 比表面積測定法**	
（Introduction）	（前書き）	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Multi－point measurement	多点法	
Single－point measurement	一点法	
Sample preparation	試料の調製	
Outgassing		
Adsorbate		
Quantity of sample		
Method 1：The dynamic flow method	第 1 法：動的流動法	
Method 2：The volumetric method	第 2 法：容量法	
Reference materials	標準物質	
Figure 1　Schematic diagram of the dynamic flow method apparatus	図 1　動的流動法装置の概略図	
Figure 2　Schematic diagram of the volumetric method apparatus	図 2　容量法装置の概略図	

調和年月：2004 年 6 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
	3.04 粒度測定法	
（Introduction）	（前書き）	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Optical microscopy	第 1 法　光学顕微鏡法	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Apparatus	装置	
Adjustment	調整	
Illumination	照明	
Visual characterization	目視による評価	日本薬局方独自記載事項： 粒子径の測定方法に関する説明
Photographic characterization	写真による評価	
Preparation of the mount	試料の調製	
Crystallinity characterization	結晶性の評価	
Limit Test of particle size by microscopy	顕微鏡法による粒子径の限度試験	
Particle size characterization	粒子径の評価	
Particle shape characterization	粒子形状の評価	
General observations	一般的観察	
Figure 1　Commonly used measurements of particle size	図 1　一般的に用いられる粒子径	
Figure 2　Commonly used descriptions of particle shape	図 2　一般的に用いられる粒子形状の記述	
Analytical sieving	第 2 法　ふるい分け法	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Principles of analytical sieving	ふるい分け法の原理	
Test sieves	試験用ふるい	
Test specimen	測定用試料	
Agitation methods	振とう法	
Endpoint determination	終点の決定	

Sieving methods	ふるい分け法	
1) Mechanical agitation dry sieving method	1) 機械的振とう法 乾式ふるい分け法	日本薬局方独自記載事項： ふるい網に微粉が付着した際の対応方法を記載
2) Air entrainment methods air jet and sonic sifter sieving	2) 気流中飛散法 エアー・ジェット法及び ソニック・シフター法	
Table 1 Size of standard sieve series in range of interest	表 1 関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法	
Interpretation	結果の解析	

調和年月：2000 年 1 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Bacterial Endotoxins Test	**4.01 エンドトキシン試験法**	
(Introduction)	(前書き)	
Apparatus	器具	
Preparation of standard endotoxin stock solution	エンドトキシン標準原液の調製	日本薬局方独自記載事項： エンドトキシン 10000 標準品及びエンドトキシン 100 標準品について記載
Preparation of standard endotoxin solution	エンドトキシン標準溶液の調製	
Preparation of sample solutions	試料溶液の調製	日本薬局方独自記載事項： 医薬品容器を試験対象とする場合の試料溶液調製方法を追加記載 医療用具からの試料溶液調製方法に関する記述を削除
Determination of maximum valid dilution	最大有効希釈倍数の求め方	日本薬局方独自記載事項： 当量当たりでエンドトキシン規格値が規定されている場合の試料溶液の濃度の単位を追加記載
Gel-clot technique	ゲル化法	
(1) Preparatory testing	(1) 予備試験	
(i) Test for confirmation of labeled lysate sensitivity	(i) ライセート試薬の表示感度確認試験	
(ii) Test for interfering factors	(ii) 反応干渉因子試験	
(2) Limit test	(2) 限度試験	
(i) Procedure	(i) 操作法	
(ii) Interpretation	(ii) 判定	
(3) Assay	(3) 定量試験法	
(i) Procedure	(i) 操作法	
(ii) Calculation and interpretation	(ii) エンドトキシン濃度の算出及び判定	
Photometric techniques	光学的測定法	
(1) Turbidimetric techniques	(1) 比濁法	
(2) Chromogenic technique	(2) 比色法	
(3) Preparatory testing	(3) 予備試験	
(i) Assurance of criteria for the standard curve	(i) 検量線の信頼性確認試験	日本薬局方独自記載事項： 検量線の信頼性確認試験をライセート試薬のロットごとに行うことを明記
(ii) Test for interfering factors	(ii) 反応干渉因子試験	日本薬局方独自記載事項： 反応干渉因子試験が成立するために適合しなければならない 2 つの条件を規定 反応干渉作用が認められたときの試験法を説明 反応干渉因子を除く方法を説明
(4) Assay	(4) 定量	
(i) Procedure	(i) 操作法	
(ii) Calculation	(ii) エンドトキシン濃度の算出	日本薬局方独自記載事項： 試験が成立するための条件として，D 液が満たすべき基準を追加設定
(iii) Interpretation	(iii) 判定	
Reagents, test solutions		削除
Amebocyte lysate		削除
Lysate TS		削除
Water for bacterial endotoxins test (BET)		削除

調和年月：2002 年 10 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Sterility	**4.06 無菌試験法**	
(Introduction)	(前書き)	
Precautions against microbial contamination		前書きにて同様の事項を記載
Culture media and incubation temperatures	培地，洗浄液及びその調製法	
Fluid thioglycollate medium	液状チオグリコール酸培地	非調和事項： 日本薬局方指定以外の培地の使用は不可 培地カンテン中の含湿度を規定しない 培地使用期間のバリデーションは不要 密封容器入りの培地の使用期間を最長 1 年間 水銀防腐剤を含む医薬品の試験培地を規定
Soya-bean casein digest medium	ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地	
Sterility	培地の無菌性	
Growth promotion test of aerobes, anaerobes and fungi	培地の性能試験	非調和事項： 市販の粉末培地に対する培地性能試験の実施頻度を規定
Validation test	バリデーション試験	
Membrane filtration	メンブランフィルター法	
Direct inoculation	直接法	
Test for sterility of the product to be examined	製品の無菌試験	
Membrane filtration	メンブランフィルター法	非調和事項： 1 フィルター当たりの洗浄液量を 100 mL とする
Aqueous solutions	a) 液状医薬品	
Soluble solids	b) 用時溶解又は懸濁して用いる医薬品	
Oils and oily solutions	c) 油及び油性医薬品	
Ointments and creams	d) 軟膏剤	
Direct inoculation of the culture medium	直接法	
Oily liquids	a) 油性液	
Ointments and creams	b) 軟膏剤及びクリーム	
Catgut and other surgical sutures for veterinary use		日本薬局方対象品外
Observation and interpretation of results	培養及び観察，判定	非調和事項： 混濁培地から新鮮培地への移植量を適量とする 無菌試験陽性時における再試験要件を規定
Application of the test to parenteral preparations, ophthalmic and other non-injectable preparations required to comply with the test for sterility		本内容の一部は試験法内で示している
Table 2.6.1.-1 Strains of the test micro-organisms suitable for use in the growth promotion test and the validation test	表 1　培地性能試験及びバリデーション試験用菌株	
Table 2.6.1.-2 Minimum quantity to be used for each medium	表 3　各培地当たりの最小試料採取量	
Table 2.6.1.-3 Minimum number of items to be tested	表 2　ロット当たりの抜き取り個数	非調和事項： 本表を一般試験法の一部として規定 大容量製剤の抜き取り個数を最大 10 容器

調和年月：2004 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Uniformity of Dosage Units	**6.02 製剤均一性試験法**	
(Introduction)	(前書き)	日本薬局方独自記載事項： 液剤に関して補足説明 有効成分を含まない部分の補足説明
Content uniformity	含量均一性試験	
Solid dosage forms	固形製剤	
Liquid dosage forms	液剤	
Calculation of acceptance value	判定値の計算	
Mass variation	質量偏差試験	日本薬局方独自記載事項： 有効成分濃度が均一であることを仮定

Uncoated or film-coated tablets	素錠又はフィルムコーティング錠	
Hard capsules	硬カプセル	
Soft capsules	軟カプセル	
Solid dosage forms other than tablets and capsules	錠剤とカプセル剤以外の固形製剤	
Liquid dosage forms	液剤	"in conditions of normal use. If necessary, compute the equivalent volume after determining the density." を削除
Calculation of acceptance value	判定値の計算	
Criteria	判定基準	
Solid and liquid dosage forms	固形製剤及び液剤	
Table 1 Application of content uniformity (CU) and mass variation (MV) test for dosage forms	表 1 含量均一性試験及び質量偏差試験の各製剤への適用	日本薬局方独自記載事項： （分包品，凍結乾燥製剤等），（完全に溶解した液）の補足説明の追記
Table 2	表 2	"at time of manufacture","For purposes of this Pharmacopoeia" を削除

調和年月：2004 年 6 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Test for Extractable Volume of Parenteral Preparations	**6.05 注射剤の採取容量試験法**	
(Introduction)	（前書き）	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に関する説明
Single-dose containers	(1)　単回投与注射剤	
Multi-dose containers	(2)　分割投与注射剤	
Cartridges and prefilled syringes	(3)　カートリッジ又は注射筒に充てんされた注射剤	
Parenteral infusions	(4)　輸液用注射剤	

調和年月：2004 年 6 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Particulate Matter in Injectables	**6.07 注射剤の不溶性微粒子試験法**	
(Introduction)	（前書き）	"other than gas bubbles." の語句を削除
Method 1. Light obscuration particle count test	第 1 法 光遮蔽粒子計数法 装置	日本薬局方独自記載事項： 装置の検証回数を記載
	校正	日本薬局方独自記載事項
	手動法	日本薬局方独自記載事項
	電気法	日本薬局方独自記載事項
	自動法	日本薬局方独自記載事項
	試料容量	日本薬局方独自記載事項
	試料流量	日本薬局方独自記載事項
	センサー	日本薬局方独自記載事項
	粒径分解能	日本薬局方独自記載事項
	計数率	日本薬局方独自記載事項
	閾値濃度	日本薬局方独自記載事項
	試薬	日本薬局方独自記載事項
General precautions	一般的注意事項	
Method	操作法	
Evaluation	判定	日本薬局方独自記載事項： 判定基準に 100 mL 以上と未満
Method 2. Microscopic paerticle count test	第 2 法 顕微鏡粒子計数法 装置	
General precautions	一般的注意事項	
Method	操作法	
Evaluation	判定	日本薬局方独自記載事項： 判定基準に 100 mL 以上と未満
1. Circular diameter graticule	図 1　円形直径目盛り	

調和年月：2004 年 6 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Disintegration	**6.09 崩壊試験法**	日本薬局方独自記載事項： 当該試験法に顆粒剤・丸剤を設定
Apparatus	装置	
Basket–rack assembly	試験器	日本薬局方独自記載事項： 試験器について変更可能な部分を例示
Disks	補助盤	
	補助筒	日本薬局方独自記載事項
Procedure	操作法	日本薬局方独自記載事項： 試験液として水の使用可能 試験器を試験液から出す時間を設定 試料の崩壊基準を設定 顆粒剤の操作法を規定
	(1)　即放性製剤	日本薬局方独自記載事項： 顆粒剤・丸剤の試験法を設定
	(2)　腸溶性製剤	日本薬局方独自記載事項： 腸溶性製剤の試験方法を設定
Figure 1　Disintegration apparatus	図 1　崩壊試験装置	
	図 2　補助筒	日本薬局方独自記載事項

調和年月：2004 年 6 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備　　考
Dissolution	**6.10 溶出試験法**	日本薬局方独自記載事項： 試験の目的として生物学的同等性を防ぐことを追加
Apparatus	装置	
Apparatus 1 (Basket apparatus)	回転バスケット法の装置（装置 1）	
Apparatus 2 (Paddle apparatus)	パドル法の装置（装置 2）	日本薬局方独自記載事項： シンカーは，医薬品各条に規定されている場合のみ使用可能
Apparatus 3 (Reciprocating cylinder)		
Apparatus 4 (Flow–through cell)	フロースルーセル法の装置（装置 3）	日本薬局方独自記載事項： 脈流が生じない送液ポンプを用いても良い
Procedure	操作	
Apparatus 1 or 2	回転バスケット法及びパドル法	
Immediate–release dosage forms	即放性製剤	
Procedure	操作	
Dissolution medium	試験液	
Time	試験時間	
Extended–release dosage forms	徐放性製剤	
Procedure	操作	
Dissolution medium	試験液	
Time	試験時間	
Delayed–release dosage forms	腸溶性製剤	
Procedure	操作	調和文書では操作方法 A と B いずれかを使用する
Method A		
Method B		
	試験液	日本薬局方独自記載事項
Time	試験時間	日本薬局方独自記載事項： 溶出試験第 1 液，第 2 液による試験時間を具体的に記載
Apparatus 3	規定しない.	
Immediate–release dosage forms		
Procedure		
Dissolution medium		
Time		
Extended–release dosage forms		
Procedure		

Dissolution medium		
Time		
Delayed-release dosage forms		
Procedure		
Time		
Apparatus 4	フロースルーセル法	
Immediate-release dosage forms	即放性製剤	
Procedure	操作	
Dissolution medium	試験液	
Time	試験時間	
Extended-release dosage forms	徐放性製剤	
Procedure	操作	
Dissolution medium	試験液	
Time	試験時間	
Delayed-release dosage forms		
Procedure		
Time		
Interpretation	判定	日本薬局方独自記載事項： 各条中，Q 値設定の場合は判定法 1 設定されていない場合は判定法 2
Immediate-release dosage forms	即放性製剤	日本薬局方独自記載事項： 判定法 2 を設定
	判定法 1	
	判定法 2	
Extended-release dosage forms	徐放性製剤	日本薬局方独自記載事項： 判定法 2 を設定
	判定法 1	
	判定法 2	
Delayed-release dosage forms	腸溶性製剤	非調和事項： 試験液が異なる Q 値についての記載から不整合部分を削除 日本薬局方独自記載事項： 判定法 2 を設定
	判定法 1	Q 値は各条にて規定された旨を記載
	判定法 2	
Acceptance Table 1	判定基準表 1	
Acceptance Table 2	判定基準表 2	
Acceptance Table 3	判定基準表 3	
Acceptance Table 4	判定基準表 4	
Figure 1 Apparatus1. Basket stirring element	図 1 装置 1．回転軸及びバスケットの部分	
Figure 2 Paddle stirring element	図 2 装置 2．回転軸及びパドルの攪拌翼部分	
Figure 2a Alternative sinker	図 2a シンカーの仕様例	
Figure 3 Apparatus 3	規定しない．	
Figure 4 Apparatus 4 (top) large cell tablets and capsules (bottom) tablet holder for the large cell	図 3 装置 3 （上）錠剤及びカプセル用の大型フロースルーセル （下）大型フロースルーセル用の錠剤ホルダー	
Figure 5 Apparatus 4 (top) small cell tablets and capsules (bottom) tablet holder for the small cell	図 3 装置 3 （上）錠剤及びカプセル用の小型フロースルーセル （下）小型フロースルーセル用の錠剤ホルダー	

調和年月：2002 年 9 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Ethanol	エタノール	
Identification A	確認試験としては規定しない.	示性値として比重が規定されている.
Identification B	確認試験	
Relative density	比重	15 ℃ の比重で規定されている.
Appearance	純度試験(1) 溶状	
Acidity or alkalinity	純度試験(2) 酸又はアルカリ	
Volatile impurities	純度試験(3) 揮発性混在物	
Absorbance	純度試験(4) 他の混在物	
Residue on evaporation	純度試験(5) 蒸発残留物	
Storage	貯法	

調和年月：2002 年 9 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Ethanol, Anhydrous	無水エタノール	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験としては規定しない.	示性値として比重が規定されている.
Identification B	確認試験	
Relative density	比重	15 ℃ の比重で規定されている.
Appearance	純度試験(1) 溶状	
Acidity or alkalinity	純度試験(2) 酸又はアルカリ	
Volatile impurities	純度試験(3) 揮発性混在物	
Absorbance	純度試験(4) 他の混在物	
Residue on evaporation	純度試験(5) 蒸発残留物	
Storage	貯法	

調和年月：2003 年 11 月（Rev. 2）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Sodium Chloride	塩化ナトリウム	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Acidity or alkalinity	純度試験(2) 酸又はアルカリ	
Sulphates	純度試験(3) 硫酸塩	
Phosphates	純度試験(4) リン酸塩	
Bromides	純度試験(5) 臭化物	
Iodides	純度試験(6) ヨウ化物	
Ferrocyanides	純度試験(7) フェロシアン化合物	
Iron	純度試験(9) 鉄	
Barium	純度試験(10) バリウム	
Magnesium and alkaline-earth metals	純度試験(11) マグネシウム及びアルカリ土類金属	
Aluminium	規定しない.	
Nitrites	規定しない.	
Potassium	規定しない.	
Loss on drying	乾燥減量	
Assay	定量法	

調和年月：2003 年 7 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Carboxymethylcellulose Calcium	カルメロースカルシウム	
Definition	アセチル基及びカルボキシベンゾイル基の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
Identification D	確認試験(4)	
Alkalinity	純度試験(1) アルカリ	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Limit of chloride	純度試験(2) 塩化物	
Limit of sulfate	純度試験(3) 硫酸塩	

調和年月：2003 年 11 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Citric Acid, Anhydrous	無水クエン酸	
Definition	成分の含量規定	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Sulphates	純度試験(2) 硫酸塩	
Oxalic acid	純度試験(3) シュウ酸	
Readily carbonisable substances	純度試験(5) 硫酸呈色物	
Aluminium	規定しない.	
Water	水分	
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2003 年 11 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Citric Acid Monohydrate	クエン酸水和物	
Definition	成分の含量規定	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Sulphates	純度試験(2) 硫酸塩	
Oxalic acid	純度試験(3) シュウ酸	
Readily carbonisable substances	純度試験(5) 硫酸呈色物	
Aluminium	規定しない.	
Water	水分	
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2001 年 10 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Croscarmellose Sodium	クロスカルメロースナトリウム	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
B	確認試験(2)	
C	確認試験(3)	
pH	pH	
Settling volume	沈降試験	
Degree of substitution	置換度	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Packaging and storage	貯法	

調和年月：2001 年 10 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Wheat Starch	コムギデンプン	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Iron	純度試験(1) 鉄	
Total protein	規定しない.	
Oxidising substances	純度試験(2) 酸化性物質	
Sulphur dioxide	純度試験(3) 二酸化イオウ	
Loss on drying	乾燥減量	
Sulphated ash	強熱残分	

調和年月：2003 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Saccharin	サッカリン	
Definition	成分の含量規定	
Limit of benzoate and salicylate	純度試験(3) 安息香酸塩及びサリチル酸塩	
Readily carbonisable substances	純度試験(5) 硫酸呈色物	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Assay	定量法	
Packaging and storage	貯法	

調和年月：2004 年 2 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Saccharin Sodium	サッカリンナトリウム水和物	
Definition	成分の含量規定	
Identification A.B	確認試験(2)	
Acidity or alkalinity	純度試験(2) 酸又はアルカリ	
Limit of benzoate and salicylate	純度試験(4) 安息香酸塩及びサリチル酸塩	
Readily carbonizable substances	純度試験(6) 硫酸呈色物	
Water	水分	
Assay	定量法	

調和年月：2001 年 10 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Cellacefate	セラセフェート	
Definition	アセチル基及びカルボキシベンゾイル基の含量規定	
Identification	確認試験	
Viscosity	粘度	
Limit of free acid	純度試験(2) 遊離酸	
Water	水分	
Residue on ignition	強熱残分	
Phthalyl content	定量法(1) カルボキシベンゾイル基	
Content of acetyl	定量法(2) アセチル基	
Packaging and storage	貯法	

調和年月：2005 年 5 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Microcrystalline Cellulose	結晶セルロース	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
B	確認試験(3)	
pH	pH	
Water-soluble substances	純度試験(2) 水可溶物	
Ether-soluble substances	純度試験(3) ジエチルエーテル可溶物	
Conductivity	導電率	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Bulk density	かさ密度	

調和年月：2005 年 5 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Powdered Cellulose	粉末セルロース	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
B	確認試験(3)	
pH	pH	
Water-soluble substances	純度試験(2) 水可溶物	
Ether-soluble substances	純度試験(3) ジエチルエーテル可溶物	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	

調和年月：2004 年 2 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Corn Starch	トウモロコシデンプン	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Limit of iron	純度試験(1) 鉄	
Limit of oxidizing substances	純度試験(2) 酸化性物質	
Sulfur dioxide determination	純度試験(3) 二酸化イオウ	

調和年月：2003 年 2 月（Rev. 1）

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Anhydrous Lactose	無水乳糖	
Definition	基原	
Labeling	α, β 乳糖含有率の表示規定	
Identification	確認試験	
Specific rotation	旋光度	
Clarity and color of solution	純度試験(1) 溶状	
Acidity or alkalinity	純度試験(2) 酸又はアルカリ	
Protein and light-absorbing impurities	純度試験(4) たん白質及び光吸収物質	
Loss on drying	乾燥減量	
Water	水分	
Residue on ignition	強熱残分	
Content of alpha and beta anomers	異性体比	

調和年月：2002 年 9 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Lactose Monohydrate	乳糖水和物	
Definition	基原	
Identification	確認試験	
Specific rotation	旋光度	
Clarity and color of solution	純度試験(1) 溶状	
Acidity or alkalinity	純度試験(2) 酸又はアルカリ	
Protein and light-absorbing impurities	純度試験(4) たん白質及び光吸収物質	
Water	水分	
Residue on ignition	強熱残分	

調和年月：2004 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Ethyl Parahydroxy-benzoate	パラオキシ安息香酸エチル	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Acidity	純度試験(2) 酸	
Related substances	純度試験(4) 類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2004 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Butyl Parahydroxy-benzoate	パラオキシ安息香酸ブチル	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Acidity	純度試験(2) 酸	
Related substances	純度試験(4) 類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2004 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Propyl Parahydroxy-benzoate	パラオキシ安息香酸プロピル	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Acidity	純度試験(2) 酸	
Related substances	純度試験(4) 類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2004 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Methyl Parahydroxybenzoate	パラオキシ安息香酸メチル	
Definition	成分の含量規定	
Identification A	確認試験(1)	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Acidity	純度試験(2) 酸	
Related substances	純度試験(4) 類縁物質	システム適合性は規定しない.
Sulphated ash	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2001 年 10 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Potato Starch	バレイショデンプン	
Definition	基原	
Identification A	確認試験(1)	
Identification B	確認試験(2)	
Identification C	確認試験(3)	
pH	pH	
Iron	純度試験(1) 鉄	
Oxidising substances	純度試験(2) 酸化性物質	
Sulphur dioxide	純度試験(3) 二酸化イオウ	
Loss on drying	乾燥減量	
Sulphated ash	強熱残分	

調和年月：2003 年 11 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Hydroxypropyl Methylcellulose	ヒプロメロース	
Definition	メトキシル基及びヒドロキシプロポキシル基の含量規定	
Labeling	粘度の表示規定	
Identification (1)	確認試験(1)	
(2)	確認試験(2)	
(3)	確認試験(3)	
(4)	確認試験(4)	
(5)	確認試験(5)	
Viscosity	粘度	
Method 1	第 1 法	
Method 2	第 2 法	
pH	pH	
Heavy metals	純度試験 重金属	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2000 年 7 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Benzyl Alcohol	ベンジルアルコール	
Definition	成分の含量規定	
Identification	確認試験	
Appearance of solution	純度試験(1) 溶状	
Refractive index	屈折率	
Acidity	純度試験(2) 酸	
Benzaldehyde and other related substances	純度試験(3) ベンズアルデヒド及び他の類縁物質	
Peroxide value	純度試験(4) 過酸化物価	
Residue on evaporation	純度試験(5) 蒸発残留物	
Assay	定量法	

調和年月：2003 年 11 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
Methylcellulose	メチルセルロース	
Definition	メトキシル基の含量規定	
Labeling	粘度の表示規定	
Identification (1)	確認試験(1)	
(2)	確認試験(2)	
(3)	確認試験(3)	
(4)	確認試験(4)	
(5)	確認試験(5)	
Viscosity	粘度	
Method 1	第 1 法	
Method 2	第 2 法	
pH	pH	
Heavy metals	純度試験 重金属	
Loss on drying	乾燥減量	
Residue on ignition	強熱残分	
Assay	定量法	

調和年月：2002 年 9 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Amino Acid Analysis	アミノ酸分析法	
Apparatus	装置	
General precautions	一般的注意	
Reference standard material	標準物質	
Calibration of instrumentation	装置の校正	
Repeatability	再現性	
Sample preparation	試料調製	
Internal standards	内標準物質	
Protein hydrolysis	たん白質の加水分解	
Method 1	方法 1	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Procedure	操作法	
Method 2	方法 2	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Vapor phase hydrolysis	気相加水分解	
Method 3	方法 3	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Vapor phase hydrolysis	気相加水分解	
Method 4	方法 4	
Oxidation solution	酸化液	
Procedure	操作法	
Method 5	方法 5	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Liquid phase hydrolysis	液相加水分解	
Method 6	方法 6	
Hydrolysis solution	加水分解液	
Vapor phase hydrolysis	気相加水分解	
Method 7	方法 7	
Reducing solution	還元液	
Procedure	操作法	
Method 8	方法 8	
Stock solutions	原液	
Reducing solution	還元液	
Procedure	操作法	
Method 9	方法 9	
Stock solutions	原液	
Carboxymethylation solution	カルボキシメチル化溶液	
Buffer solution	緩衝液	
Procedure	操作法	
Method 10	方法 10	
Reducing solution	還元液	
Procedure	操作法	
Method 11	方法 11	
Reducing solutions	還元液	
Procedure	操作法	
Methodologies of amino acid analysis general principles	アミノ酸分析の方法論とその基本原理	
Method 1 – Postcolumn ninhydrin detection general principle	方法 1 ニンヒドリンによるポストカラム検出法	
Method 2 – Postcolumn OPA fluorometric detection general principle	方法 2 OPA によるポストカラム蛍光検出法	
Method 3 – Precolumn PITC derivatization general principle	方法 3 PITC プレカラム誘導体化法	
Method 4 – Precolumn AQC derivatization general principle	方法 4 AQC プレカラム誘導体化法	
Method 5 – Precolumn OPA derivatization general principle	方法 5 OPA プレカラム誘導体化法	
Method 6 – Precolumn DABS–Cl derivatization general principle	方法 6 DABS–Cl プレカラム誘導体化法	
Method 7 – Precolumn FMOC–Cl derivatization general principle	方法 7 FMOC–Cl プレカラム誘導体化法	
Method 8 – Precolumn NBD–F derivatization general principle	方法 8 NBD–F プレカラム誘導体化法	
Data calculation and analysis	データの計算と解析	
Calculations	計算	
Amino acid mole percent	アミノ酸のモル%	
Unknown protein samples	未知たん白質試料	
Known protein samples	既知たん白質試料	

調和年月：1999 年 10 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Sodium Dodecyl Sulphate Polyacrylamide Gel Electrophoresis (SDS-PAGE)	SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法	
Characteristics of polyacrylamide gels	1. ポリアクリルアミドゲルの特性	
Denaturing polyacrylamide gel electrophoresis	2. 変性条件下ポリアクリルアミドゲル電気泳動	
Reducing conditions	1) 還元条件	
Non-reducing conditions	2) 非還元条件	
Characteristics of discontinuous buffer system gel electrophoresis	3. 不連続緩衝液系ゲル電気泳動の特徴	
Preparing vertical discontinuous buffer SDS-polyacrylamide gels	4. 垂直不連続緩衝液系 SDS-ポリアクリルアミドゲルの調製	
Assembling of the gel moulding cassette	1) ゲル形成カセットの組立	
Preparation of the gel	2) ゲルの調製	
Mounting the gel in the electrophoresis apparatus and electrophoretic separation	3) 電気泳動装置へのゲルの取り付け及び泳動分離	
Detection of protein in gels	5. ゲル中のたん白質の検出	
Coomassie staining	1) クーマシー染色	
Silver staining	2) 銀染色	
Drying of stained SDS polyacrylamide gels	6. 染色した SDS－ポリアクリルアミドゲルの乾燥	
Molecular－mass determination	7. 分子量の測定	
Validation of the test	8. 実施した試験の適合性	
Quantification of impurities	9. 不純物の定量	
Reagents, test solutions	試薬・試液	
Blocking solution	停止試液	
Coomassie staining solution	クーマシー染色試液	
Destaining solution	脱色試液	
Developer solution	現像試液	
Fixing solution	固定試液	
Silver nitrate reagent	硝酸銀試液，銀染色用	
Trichloroacetic acid reagent	トリクロロ酢酸試液，固定用	
Table 1 － Preparation of resolving gel	表 1　分離ゲルの調製	
Table 2 － Preparation of stacking gel	表 2　濃縮ゲルの調製	

調和年月：2002 年 9 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Capillary Electrophoresis	キャピラリー電気泳動法	
Apparatus	装置	
Capillary zone electrophoresis	1. キャピラリーゾーン電気泳動法	
Optimisation	分離の最適化	
Instrumental parameters	機器に関するパラメーター	
Voltage	(1) 電圧	
Polarity	(2) 極性	
Temperature	(3) 温度	
Capillary	(4) 毛細管	
Electrolytic solution parameters	電解質溶液に関するパラメーター	
Buffer type and concentration	(1) 緩衝液の種類と濃度	
Buffer pH	(2) 緩衝液の pH	
Organic solvents	(3) 有機溶媒	
Additives for chiral separations	(4) キラル分離のための添加物質	
Capillary gel electrophoresis	2. キャピラリーゲル電気泳動法	
Characteristics of gels	ゲルの特徴	
Capillary isoelectric focusing	3. キャピラリー等電点電気泳動法	
Loading step	(1) 試料添加	
loading in one step	(i) ワンステップ添加	
sequential loading	(ii) 連続的な添加	
Focusing step	(2) 集束	
Mobilisation step	(3) 移動	
Optimisation	最適化	
Voltage	(1) 電圧	
Capillary	(2) 毛細管	
Solutions	(3) 溶液類	
Micellar electrokinetic chromatography (MEKC)	4. ミセル動電クロマトグラフィー (MEKC)	
Optimisation	最適化	
Instrumental parameters	機器に関するパラメーター	
Voltage	(1) 電圧	
Temperature	(2) 温度	
Capillary	(3) 毛細管	
Electrolytic solution parameters	電解質溶液に関するパラメーター	
Surfactant type and concentration	(1) 界面活性剤の種類と濃度	
Buffer pH	(2) 緩衝液の pH	
Organic solvents	(3) 有機溶媒類	
Additives for chiral separations	(4) 光学分離用添加物質	
Other additives	(5) その他の添加剤	
Quantification	定量分析	
Calculations	計算	
System Suitability	適合性パラメーター	
Apparent number of theoretical plates	理論段数	
Resolution	分離度	
Symmetry factor	ピークの対称性	
Signal-to-noise ratio	シグナル－ノイズ比	

調和年月：2004 年 2 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Tablet Friability	**錠剤の摩損度試験法**	

調和年月：2002 年 9 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Total Protein Assay	**たん白質定量法**	
Method 1	方法 1（紫外吸収法）	
Standard solution	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Procedure	操作法	
Light–scattering	光散乱	
Calculations	計算法	
Method 2	方法 2（Lowry 法）	日本薬局方独自記載事項：脚注に公定書名を記載
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Reagents and solutions	試薬・試液	
Copper sulfate reagent	硫酸銅試液	
SDS solution	SDS 試液，5 %	
Sodium hydroxide solution	水酸化ナトリウム溶液	
Alkaline copper reagent	アルカリ性銅試液	
Diluted folin–ciocalteu's phenol reagent	希フォリン試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Interfering substances	妨害物質	
Sodium deoxycholate reagent	デオキシコール酸ナトリウム試液	
Trichloroacetic acid reagent	トリクロロ酢酸試液	
Procedure	操作法	
Method 3	方法 3（Bradford 法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Coomassie reagent	クーマシー試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Method 4	方法 4（ビシンコニン酸法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Reagents	試薬・試液	
BCA reagent	BCA 試液	
Copper sulfate reagent	硫酸銅試液	
Copper–BCA reagent	銅・BCA 試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Method 5	方法 5（Biuret 法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Biuret reagent	ビウレット試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Interfering substances	妨害物質	
Comments	解説	
Method 6	方法 6（蛍光法）	
Standard solutions	標準溶液	
Test solution	試料溶液	
Blank	対照液	
Reagents	試薬・試液	
Borate buffer	ホウ酸緩衝液	
Stock OPA reagent	OPA 試液原液	
OPA reagent	OPA 試液	
Procedure	操作法	
Calculations	計算法	
Method 7	方法 7（窒素測定法）	
Procedure A	操作法 A	
Procedure B	操作法 B	
Calculations	計算法	

調和年月：2002 年 9 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Isoelectric Focusing	**等電点電気泳動法**	
Theoretical aspects	理論	
Practical aspects	操作	
Apparatus	装置	
Isoelectric focusing in polyacrylamide gels: detailed procedure	ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法：操作の詳細	
Preparation of the gels	平板ゲルの調製法	
1) 7.5 per cent polyacrylamide gel	7.5 % ポリアクリルアミドゲル	
2) Preparation of the mould	型枠の組み立て	
Method	方法	
Variations to the detailed procedure (subject to validation)	本試験法の細部の変更（検証の必要な項目）	
Validation of iso–electric focusing procedures	等電点電気泳動操作法の検証	
Specified variation to the general method	本法の規定の変更	
Point to consider	注意	
Figure – Mould	図　装置	
Reagents	試薬・試液	日本薬局方独自記載事項
Fixing solution for isoelectric focusing in polyacrylamide gel	ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動用固定液	
	クーマシー染色試液	日本薬局方独自記載事項
	脱色液	日本薬局方独自記載事項

調和年月：2004 年 6 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Powder Flow	**粉体の流動性**	
Angle of repose	1. 安息角測定法	
Basic methods for angle of repose	1.1 基本的測定法	
Variations in angle of repose methods	1.2 基本的測定法の変法	
Angle of repose general scale of flowability	1.3 安息角に関する流動性の一般的尺度	
Experimental considerations for angle of repose	1.4 測定に関して留意すべき点	
Recommended procedure for angle of repose	1.5 推奨される測定手順	
Compressibility index and Hausner ratio	2. 圧縮度及び Hausner 比測定法	
Basic methods for compressibility index and Hausner ratio	2.1 基本的測定法	
Experimental considerations for the compressibility index and Hausner ratio	2.2 測定に関して留意すべき点	
Recommended procedure for compressibility index and Hausner ratio	2.3 推奨される測定手順	
Flow through an orifice	3. オリフィスからの流出速度測定法	
Basic methods for flowthrough an orifice	3.1 基本的測定法	
Variations in methods for flow through an orifice	3.2 基本的測定法の変法	
General scale of flowability for flow through an orifice	3.3 オリフィスからの流出速度に関する流動性の一般的尺度	
Experimental considerations for flow through an orifice	3.4 測定に関して留意すべき点	
Recommended procedure for flow through an orifice	3.5 推奨される測定手順	
Shear cell methods	4. せん断セル法	
Basic methods for shear cell	4.1 基本的測定法	
Recommendations for shear cell	4.2 推奨される事項	
Table 1 Flow properties and corresponding angle of repose	表 1 流動特性と対応する安息角	
Table 2 Scale of flowability	表 2 流動性の尺度	

調和年月：2002 年 9 月

薬局方調和事項	第十五改正日本薬局方	備考
	参考情報	
Peptide Mapping	ペプチドマップ法	
Purpose and scope	目的と範囲	
The peptide map	ペプチドマップ	
Isolation and purification	分離と精製	
Selective cleavage of peptide bonds	ペプチド結合の選択的切断	
Pretreatment of sample	試料の前処理	
Pretreatment of the cleavage agent	切断剤の前処理	
Pretreatment of the protein	たん白質の前処理	
Establishment of optimal digestion conditions	至適消化条件の設定	
pH	pH	
Temperature	温度	
Time	反応時間	
Amount of cleavage agent	切断剤の量	
Chromatographic separation	クロマトグラフィーによる分離	
Chromatographic column	分離用カラム	
Solvent	溶媒	
Mobile phase	移動相	
Gradient selection	グラジエント法の選択	
Isocratic selection	アイソクラティック法の選択	
Other parameters	その他のパラメーター	
Validation	システム適合性	
Analysis and identification of peptides	ペプチドの分析と確認	
Table 1 – Examples of cleavage agents	表 1　切断剤の例	
Table 2 – Techniques used for the separation of peptides	表 2　ペプチドの分離方法	

15. たん白質定量法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

以下の方法は薬局方医薬品に含まれるたん白質の定量法の例を示したものである．HPLC などの他の方法であっても，すべてのたん白質が回収されることを示すことができれば利用して差し支えない．以下に記載したたん白質定量法の多くは市販のキットを用いて測定することが可能である．

注：水を用いる際は精製水を用いること．

方法 1（紫外吸収法）

溶液中のたん白質は，芳香族アミノ酸，主としてチロジン及びトリプトファンにより，波長 280 nm の紫外線を吸収する．この性質を利用したのが本法である．波長 280 nm における吸光度を用いたたん白質定量は主にたん白質のチロジンとトリプトファン含量に依存する．たん白質の溶解に用いる緩衝液が水よりも高い吸収を示す場合，緩衝液に妨害物質が存在していることを示している．この妨害は分光光度計で緩衝液の吸光度をゼロに調整することにより補正可能である．妨害物質による吸収が大きく，分光光度計の感度の限界に近づく場合，正確な結果が得られない可能性がある．更に，低濃度ではたん白質はキュベットに吸着し，溶液中のたん白質含量の低下を引き起こす可能性がある．これは高濃度の試料を調製するか，若しくは試料調製に非イオン性界面活性剤を用いることにより防止可能である．

注：試料溶液，標準溶液，緩衝液は試験中，同じ温度に置くこと．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液と同じ緩衝液に，試料溶液と同じ濃度で溶かした液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，1 mL 当たり 0.2 ～ 2 mg のたん白質を含む液を調製する．

操作法　標準溶液及び試料溶液につき，緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，石英製のセルを用いて，波長 280 nm における吸光度を測定する．正確な結果を得るには，試験するたん白質の濃度が直線性の得られる範囲にある必要がある．

光散乱　たん白質の紫外吸収測定の精度は試料による光散乱の影響で低下する可能性がある．溶液中のたん白質が測定光の波長（250 ～ 300 nm）に匹敵するサイズである場合，光散乱により試料の吸光度は明らかな増加を示す．光散乱による波長 280 nm の吸光度を算出するには，試料溶液につき，波長 320 nm，325 nm，330 nm，335 nm，340 nm，345 nm 及び 350 nm における吸光度を測定し，直線回帰法を用いて，測定したみかけの吸光度の対数を波長の対数に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求め，外挿により波長 280 nm における光散乱による吸光度を求める．波長 280 nm における総吸光度から光散乱による吸光度を差し引くことにより溶液中のたん白質の吸光度が得られる．特に溶液が明らかに濁っている場合は，0.2 μm のメンブランフィルターを通すか，若しくは遠心分離することにより，光散乱の影響を減らすことが可能である．

計算法　次式により試料溶液中のたん白質濃度 C_U を求める．

$$C_U = C_S \left(\frac{A_U}{A_S}\right)$$

C_S：標準溶液のたん白質濃度
A_U：試料溶液の補正した吸光度
A_S：標準溶液の補正した吸光度

方法 2（Lowry 法）

本法は一般にローリー（Lowry）法と呼ばれる方法で，Folin–Ciocalteu のフェノール試液（フォリン試液）に含まれるリンモリブデン酸・タングステン酸混合物の発色基がたん白質により還元されて，波長 750 nm に吸収極大が得られることを利用した方法である．フォリン試液は主としてたん白質のチロジン残基と反応するため，たん白質の種類が異なると呈色度に差異を生じる場合がある．本法は妨害物質の影響を受けやすいため，試料からたん白質を沈殿させる操作を入れることもできる．試料中のたん白質から妨害物質を分離する必要がある場合には，試料溶液の調製に先立ち，後述する「妨害物質」の項に示す方法により操作する．妨害物質の影響は，試料たん白質を正確に測定できる濃度範囲内で希釈することにより影響を減

らせる可能性がある．公定書※1に収載されているローリー法の変法は以下の方法に代えて用いることができる．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶解する．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1 mL 当たり 5 ～ 100 μg のたん白質を含む，標準曲線上等間隔の 5 種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．適切な緩衝液は pH 10 ～ 10.5 の範囲である．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

試薬・試液

硫酸銅試液　硫酸銅（Ⅱ）五水和物 100 mg 及び酒石酸ナトリウム二水和物 200 mg を水に溶かして 50 mL とし，A 液とする．無水炭酸ナトリウム 10 g を水に溶かして 50 mL とし，B 液とする．B 液をゆっくりと A 液に振り混ぜながら加える．この試液は毎日新たに調製する．

SDS 試液，5 %　ドデシル硫酸ナトリウム 5 g を水に溶かして 100 mL とする．

アルカリ性銅試液　5 % SDS 試液，硫酸銅試液，水酸化ナトリウム溶液（4 → 125）の混液（2∶1∶1）を調製する．室温で 2 週間保存できる．

希フォリン試液　フォリン試液 10 mL に水 50 mL を加える．室温で遮光容器に保存する．

操作法　標準溶液，試料溶液及び対照液，各 1 mL にアルカリ性銅試液 1 mL を加えて混和し，室温で 10 分間放置する．各液に希フォリン試液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜた後，室温で 30 分間放置する．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，対照液から得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

計算法　吸光度とたん白質濃度に直線関係が成立する濃度範囲の標準溶液を用いて，直線回帰法により標準溶液の吸光度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の吸光度から，試料溶液中のたん白質の濃度を求める．

妨害物質　以下の操作法では，試験に先立ち，デオキシコール酸・トリクロロ酢酸を試料に加えてたん白質を沈殿させることにより妨害物質を除去する．この方法はたん白質を希釈溶液から濃縮するためにも利用することができる．

デオキシコール酸ナトリウム試液　デオキシコール酸ナトリウム 150 mg を水に溶かし，100 mL とする．

トリクロロ酢酸試液　トリクロロ酢酸 72 g を水に溶かし，100 mL とする．

操作法　試料たん白質溶液 1 mL にデオキシコール酸ナトリウム試液 0.1 mL を加え，攪拌器を用いて混和する．室温で 10 分間放置した後，トリクロロ酢酸試液 0.1 mL を加え，同様に混和する．次に 3000 × g で 30 分間遠心分離し，上澄液を捨て，更に残った水分をピペットで取り除く．たん白質の沈殿をアルカリ性銅試液 1 mL に溶解し，試料溶液の項に準じて操作する．［注：呈色は室温で放置する間，20 ～ 30 分で最高となり，その後徐々に低下する．妨害物質のほとんどは呈色度を低下させるが，界面活性剤の中には呈色をわずかに強めるものがある．塩濃度が高いと沈殿を生じる場合がある．たん白質の種類が異なると呈色強度が変わることもあるので，標準たん白質と試料たん白質は同じでなければならない．］

方法 3（Bradford 法）

本法は一般にブラッドフォード（Bradford）法とよばれる方法で，クーマシーブリリアントブルー G–250 色素の吸収極大波長が，たん白質と結合することにより 470 nm から 595 nm にシフトすることを利用した方法である．クーマシーブリリアントブルー G–250 は主にたん白質のアルギニン残基及びリジン残基に結合するため，たん白質の種類が異なると反応性が変わることもある．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶解する．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1 mL 当たり 100 μg ～ 1 mg のたん白質を含む，標準曲線上等間隔の 5 種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

クーマシー試液　クーマシーブリリアントブルー G–250※2 100 mg をエタノール（95）50 mL に溶かす．［注：色素の含有量は製品により異なるため，製品が違うと異なる結果が得られることがある．］この液にリン酸 100 mL を加え，水を加えて 1000 mL とする．この液をろ紙（ワットマン No.1 又は相当品）を用いてろ過し，室温で遮光容器に保存する．［注：試液の保存中に徐々に沈殿が生じる．用時ろ過する．］

操作法　標準溶液，試料溶液及び対照液，各 100 μL にクーマシー試液 5 mL を加え，転倒混和する．再現性に影響を与えるので泡立たせないようにする．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 595 nm における吸光度を測定する．

［注：石英製のセルは色素を吸着するため用いてはならない．たん白質の種類が異なると呈色強度が異なることもあるので，標準たん白質と試料たん白質は同じでなければならない．］妨害物質は比較的少ないが，界面活性剤やアンフォライト類を試料に共存させることは避けるべきである．塩基性の高い試料は酸性の試液を妨害することがある．

計算法　吸光度とたん白質濃度に直線関係が成立する濃度範囲の標準溶液を用いて，直線回帰法により標準溶液の吸光度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の吸光度から試料溶液中のたん白質濃度を求める．

方法 4（ビシンコニン酸法）

本法は一般にビシンコニン酸（BCA）法とよばれる方法で，たん白質が銅Ⅱ（Cu^{2+}）イオンを銅Ⅰ（Cu^{+}）イオンに還元することを利用した方法である．BCA 試液は銅Ⅰ（Cu^{+}）イオンの検出に用いられる．本法に対する妨害物質はほとんど存在しない．妨害物質が共存するときは，試料たん白質を正確に測定できる濃度範囲内で希釈することにより影響を減らせる可能性がある．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶かす．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1 mL 当たり 10 ～ 1200 μg のたん白質を含む，標準曲線上等間隔の 5 種類

◆※1　例：生物学的製剤基準及び薬局方医薬品各条◆

※2　試液の調製において色素の純度が重要である．

以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

試薬・試液

BCA 試液　ビシンコニン酸 10 g，炭酸ナトリウム一水和物 20 g，酒石酸ナトリウム二水和物 1.6 g，水酸化ナトリウム 4 g 及び炭酸水素ナトリウム 9.5 g を水に溶かし，必要なら水酸化ナトリウムあるいは炭酸水素ナトリウムを加えて pH 11.25 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

硫酸銅試液　硫酸銅（Ⅱ）五水和物 2 g を水に溶かし，50 mL とする．

銅・BCA 試液　硫酸銅試液 1 mL と BCA 試液 50 mL を混和する．

操作法　標準溶液，試料溶液及び対照液，各 0.1 mL に銅・BCA 試液 2 mL を加え，混和する．これらの液を 37 ℃ で 30 分間放置した後，時刻を記録し，室温になるまで放置する．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，記録した時刻より 60 分以内に，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，石英製のセルを用いて波長 562 nm における吸光度を測定する．これらの液の呈色強度は室温に戻った後も徐々に増加する．試験を妨害する物質が共存するときは，方法 2 の「妨害物質」の項を準用して処理する．たん白質の種類が異なると呈色強度が異なることもあるので，標準たん白質と試料たん白質は同じでなければならない．

計算法　吸光度とたん白質濃度に直線関係が成立する濃度範囲の標準溶液を用いて，直線回帰法により標準溶液の吸光度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の吸光度から試料溶液中のたん白質濃度を求める．

方法 5（Biuret 法）

本法は一般にビウレット（Biuret）法とよばれる方法で，アルカリ性溶液中でたん白質と銅Ⅱ（Cu^{2+}）イオンが反応し，波長 545 nm の吸光度が生じることを利用した方法である．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，あらかじめ窒素分析によりたん白質含量を測定したヒトアルブミン（窒素–たん白質換算係数は 6.25 を用いる），若しくは試料たん白質の標準品又は標準物質を，塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）に溶かす．この液の一部を塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）で希釈し，1 mL 当たり 0.5 ～ 10 mg のたん白質を含む，標準曲線上等間隔の 3 種類以上の濃度の標準溶液を調製する．［注：試料とヒトアルブミンでプロリン含量が大きく異なるとき，反応性が低い場合がある．その場合は別の標準たん白質を用いること．］

試料溶液　試料たん白質の適当量を塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）を用いる．

ビウレット試液　硫酸銅（Ⅱ）五水和物 3.46 g を水 10 mL に溶かし，必要ならば温めて溶かした後，放置冷却する（A 液）．クエン酸三ナトリウム二水和物 34.6 g 及び無水炭酸ナトリウム 20.0 g を水 80 mL に溶かし，必要ならば温めて溶かした後，放置冷却する（B 液）．A 液及び B 液を混和し，水を加えて 200 mL とする．ビウレット試液は室温で 6 箇月間安定であるが，濁りや沈殿を生じたものは使用しない．

操作法　標準溶液及び試料溶液の一定量に等量の水酸化ナトリウム溶液（6 → 100）を加え，混ぜる．直ちに試料溶液の 0.4 容量のビウレット試液を加えて振り混ぜた後，15 ～ 25 ℃ で 15 分間以上放置する．標準溶液及び試料溶液から得た液につき，ビウレット試液を加えてから 90 分以内に，対照液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 545 nm における吸光度を測定する．［注：濁りや沈殿を生じた溶液はたん白質濃度の算出に用いてはならない．］

計算法　最小二乗直線回帰法を用いて，標準溶液のたん白質濃度と吸光度をプロットし，最も近似する標準曲線を求め，この線の相関係数を計算する．［注：標準品の濃度範囲内ではたん白質濃度と吸光度はほぼ直線関係が成立する．］相関係数が 0.99 以上の直線が得られるのが理想である．標準曲線と試料溶液の吸光度から，必要な補正を行い，試料中のたん白質の濃度を求める．

妨害物質　妨害物質の影響を最小にするため，次のように試料からたん白質を沈殿させることができる．試料の溶液 1 容量に 50 % トリクロロ酢酸 0.1 容量を加え，上清を捨てた後，沈殿物を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液少量に溶かし，これを試料溶液の調製に用いる．

解説　本試験では，等量の IgG とアルブミンでごくわずかな相違が見られる．水酸化ナトリウム溶液とビウレット試液を一緒に加えたり，水酸化ナトリウム溶液を加えた後の混和が不十分であったり，水酸化ナトリウム溶液を加えてからビウレット試液を加えるまでに時間をあけた場合などでは，アルブミンより IgG の方が大きな値が得られる．妨害物質の影響を減らすためにトリクロロ酢酸を用いる方法は，試料中のたん白質の濃度が 500 μg/mL 以下の場合にも利用することができる．

方法 6（蛍光法）

本蛍光法は，たん白質の第一級アミン（例えば N 末端アミノ酸やリジン残基の ε–アミノ基など）と反応する o–フタルアルデヒド（OPA）によるたん白質の誘導体化を利用した方法である．試験に先立ち，たん白質を加水分解することにより試験感度を増加させることができる．加水分解により，たん白質を構成するアミノ酸の α–アミノ基が OPA 試薬と反応できるようになる．本法は極微量のたん白質でも測定可能である．

トリス緩衝液やアミノ酸緩衝液では，トリスヒドロキシメチルアミノメタンやアミノ酸のような第一級アミンが OPA と反応するため，使用を避けるか除去する必要がある．高濃度のアンモニアも OPA と反応する．アミンが OPA と反応して得られる蛍光は不安定である．標準的な操作を自動化することにより試験の正確さ，精度は改善される．

標準溶液　医薬品各条に規定するもののほか，試料たん白質の標準品又は標準物質を，試料溶液の調製に用いた緩衝液に溶かす．この液の一部を同じ緩衝液で希釈して，1 mL 当たり 10 ～ 200 μg のたん白質を含む，標準曲線上等間隔の 5 種類以上の濃度の標準溶液を調製する．

試料溶液　試料たん白質の適当量を適切な緩衝液に溶かし，標準溶液の濃度範囲内の液を調製する．

対照液　試料溶液及び標準溶液の調製に用いた緩衝液を用いる．

試薬・試液

ホウ酸緩衝液　ホウ酸 61.83 g を水に溶かし，水酸化カリウムを加えて pH 10.4 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

OPA 試液原液 *o*–フタルアルデヒド 120 mg をメタノール 1.5 mL に溶かし，ホウ酸緩衝液 100 mL を加えて混和する．これにポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル 0.6 mL を加える．室温で 3 週間安定である．

OPA 試液 OPA 試液原液 5 mL に 2–メルカプトエタノール 15 μL を加える．使用する 30 分以上前に調製しておく．この試液は 1 日は安定である．

操作法 試料溶液及び各標準溶液を pH 8.0 ～ 10.5 に調整する．試料溶液及び各標準溶液 10 μL を OPA 試液 100 μL と混和し，室温で 15 分間放置した後，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて混和する．これらの液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起波長 340 nm，蛍光波長 440 ～ 455 nm における蛍光強度を測定する．［注：励起のための照射は蛍光強度を低下させるため，各測定は 1 回限りとすること．］

計算法 たん白質濃度と蛍光強度は直線関係が成立する．直線回帰法を用いて，標準溶液の蛍光強度をたん白質濃度に対してプロットし，各点に最も近似した標準曲線を求める．得られた標準曲線と試料溶液の蛍光強度から，試料中のたん白質濃度を求める．

方法 7（窒素測定法）

本法はたん白質定量の手段として窒素定量を利用した方法である．試料たん白質に他の窒素含有物質が共存すると本法を妨害することになる．窒素定量を行うと試料は破壊されるが，溶液中以外のたん白質にも適用可能である．

操作法 A 窒素定量法により試験を行い，試料たん白質の窒素含量を測定する．ケルダール法用の市販の装置が利用できる．

操作法 B 窒素分析用の市販の装置が利用できる．窒素分析装置のほとんどは熱分解（例えば 1000 ℃ 近い温度で酸素中の試料を燃焼する）を利用し，試料たん白質に含まれる窒素から一酸化窒素（NO）及び他の窒素酸化物（NO_x）を産生させる．装置によっては生じた酸化窒素を窒素ガスに変え，熱伝導度検出器で量を測定するものもある．その他，一酸化窒素（NO）をオゾン（O_3）と混和して二酸化窒素ラジカル（NO_2^*）とし，それが減衰するときに発する光をケミルミネッセンス検出器で測定する装置もある．装置への注入や熱分解条件を最適化し，分析の恒常性を評価するには，比較的純粋で試料たん白質と同一組成のたん白質標準品又は標準物質を用いる．

計算法 試料の窒素含量をそのたん白質の既知の窒素含量で割ることにより，たん白質の含量を算出する．たん白質の既知の窒素含量はたん白質の化学組成から求めるか，若しくは適切な標準品又は標準物質の窒素含量と比較することにより求めることができる．

16．中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法

中心静脈栄養剤（TPN）は，大容量で用いられる静脈注射用の栄養剤である．一方，外国において，腎障害を有する患者等におけるアルミニウムの毒性（中枢神経系や骨）発現の問題が指摘されていることから，これら TPN 製剤中に混在するアルミニウムに対する微量測定が必要とされるようになってきている．微量アルミニウムの分析法としては，（1）蛍光検出液体クロマトグラフィー（蛍光検出 HPLC 法），（2）高周波誘導プラズマ発光分析法（ICP－AES 法）及び（3）高周波誘導プラズマ質量分析法（ICP－MS 法）が利用できる．蛍光検出 HPLC 法の検出感度は，約 1 μg/L（ppb）であるが，特別な付属装置を用いた ICP－AES 法及び ICP－MS 法を用いる場合，更に高い検出感度を得ることができる．

TPN は栄養剤であることから，糖類，アミノ酸類，電解質等，多数の栄養成分を複雑な組成で含有しており，これらの共存成分の測定への影響が無視できないため，それぞれの分析法の採用に当たっては，特別な注意が必要となる．

本参考情報では，分離分析法として液体クロマトグラフィーが広く普及している現状を考慮し，TPN 中の微量アルミニウム分析法として 2 種の蛍光性キレート試薬を用いる蛍光検出 HPLC 法，（1）キノリノール錯体法及び（2）ルモガリオン錯体法について記載する．

（1） キノリノール錯体法

試料中のアルミニウムイオンのキノリノール錯体を形成させ，液体クロマトグラフィーの蛍光誘導体化法により試験を行う．

試料溶液の調製

試料（TPN 製剤）1 mL を正確に量り，水 10 μL を加えた後，移動相を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．

検量線作成用標準溶液系列の調製

アルミニウム試験用水 1 mL ずつを正確に量り，それぞれにアルミニウム標準溶液（1）～（5）の各標準溶液 10 μL を正確に加えた後，移動相を加えて正確に 10 mL とし，検量線作成用標準溶液系列（アルミニウム濃度：0，1.25，2.5，5.0 及び 10.0 ppb）を調製する．

標準的試験法

試料溶液及び検量線作成用標準溶液 0.1 mL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い，検量線法により，試料溶液中のアルミニウム濃度を求める．

試験条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：380 nm，蛍光波長：520 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：8–キノリノールのアセトニトリル溶液（3→100）/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（2→5）混液（1：1）

流量：アルミニウム/キノリノール錯体のピークの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

検量線作成用標準溶液系列を用いて作成された検量線の相関係数は 0.99 以上である．

また，上記の変法として移動相中に 8–キノリノールを加えない方法もある．

この場合にも，試料溶液の調製の段階で 8–キノリノールを加えてアルミニウム/キノリノール錯体を生成させた後，蛍光検出液体クロマトグラフィーを行うが，移動相中にキレート試薬を含まないため，より安定なアルミニウム/キノリノール錯体を生成させておく必要がある．また，蛍光検出のための分析波長が異なることから（励起波長：370 nm，蛍光波長：504 nm）測定感度にも差異がみられ，検量線の作成は 0 ～ 25

ppb の範囲が適当とされている．その他，カラムサイズ，カラム温度及び移動相も異なるが，試料中の微量アルミニウムの分析が正確かつ再現性よく行えるよう，適切な試験条件を設定する必要がある．

（2） ルモガリオン錯体法

試料中のアルミニウムイオンのルモガリオン錯体を形成させ，液体クロマトグラフィーの蛍光誘導体化法により試験を行う．

試料溶液の調製

試料（TPN 製剤）70 μL を正確に量り，ルモガリオン塩酸溶液 0.15 mL を正確に加えた後，アルミニウム試験用 pH 緩衝液 0.6 mL を正確に加えて混合する．この液を 40 ℃ で 4 時間放置した後，試料溶液とする．

検量線作成用標準溶液系列の調製

アルミニウム標準溶液（1）～（5）の各標準溶液 1 mL ずつを正確に量り，それぞれ薄めたアルミニウム試験用硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 70 μL ずつを正確に量り，それぞれルモガリオン塩酸溶液 0.15 mL 及び pH 7.2 のアルミニウム試験用緩衝液 0.6 mL を正確に加えて混合した後，40 ℃ で 4 時間放置し，検量線作成用標準溶液系列（アルミニウム濃度：0，1.07，2.13，4.27 及び 8.54 ppb）を調製する．

標準的試験法

試料溶液及び検量線作成用標準溶液 0.1 mL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い，検量線法により，試料溶液中のアルミニウム濃度を求める．

試験条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：505 nm，蛍光波長：574 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：2-プロパノール 100 mL に薄めた pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（1 → 10）を加えて 1000 mL とする．

流量：アルミニウム/ルモガリオン錯体のピークの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

検量線作成用標準溶液系列を用いて作成された検量線の相関係数は 0.99 以上である．

以下には，TPN 製剤中の微量アルミニウムの測定に当たり，必要な注意事項を記す．

1）試験で使用する水及びその他の試験用溶媒，試薬，器具等につき，アルミニウム汚染のできるだけ少ないものを選択するほか，試験室環境の塵埃又はアルミニウム汚染にも注意する．

2）試料の特性が錯体形成に影響を与えないことを確認しておく必要がある．

3）日本分析化学会より，アルミニウム濃度既知の金属成分分析用河川水標準物質が有償配布されており，試験法及び試験結果の妥当性を評価するためにこれらの標準物質を用いることができる．

標準溶液及び試薬・試液

本試験には，日本薬局方に規定するもののほか，以下の標準溶液及び試薬・試液を用いる．

アルミニウム標準溶液 アルミニウム試験用水又はアルミニウム標準原液の一定量をとり，薄めたアルミニウム試験用硝酸（1 → 100）を用いて希釈し，アルミニウム濃度 0，1.25，2.5，5.0 及び 10 ppm のアルミニウム標準溶液（1）～（5）を調製する．

アルミニウム試験用水 「精製水」の規格に適合するほか，アルミニウム濃度 1 ppb 以下のものを用いる．

アルミニウム試験用硝酸 硝酸．ただし，アルミニウム濃度 1 ppb 以下のものを用いる．

アルミニウム試験用緩衝液，pH 7.2 *N*,*N*-ビス(2-ヒドロキシエチル)-2-アミノエタンスルホン酸 106.6 g をアルミニウム試験用水 800 mL に溶かした後，アルミニウム試験用テトラメチルアンモニウムヒドロキシドを加えて pH を 7.2 に調整し，アルミニウム試験用水を加えて 1000 mL とする．

***N*,*N*-ビス(2-ヒドロキシエチル)-2-アミノエタンスルホン酸** $C_6H_{15}NO_5S$ 白色の結晶又は粉末である．

アルミニウム試験用テトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液 $(CH_3)_4NOH$ アルミニウム試験用に製した約 25 % 水溶液．ただし，アルミニウム濃度 10 ppb 以下のものを用いる．

ルモガリオン塩酸溶液 ルモガリオン 0.86 g を 2-プロパノール 300 mL に溶かし，薄めたアルミニウム試験用塩酸（9 → 50）350 mL 及びアルミニウム試験用水を加えて正確に 1000 mL とする．

ルモガリオン $C_{12}H_9ClN_2O_6S$ 赤褐色～暗褐色の粉末である．ただし，アルミニウム濃度 1 ppm 以下のものを用いる．

アルミニウム試験用塩酸 塩酸．ただし，アルミニウム濃度 1 ppb 以下のものを用いる．

17. 等電点電気泳動法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

はじめに

等電点電気泳動法はたん白質の等電点の違いを利用して分離する電気泳動法である．分離は両性電解質（アンフォライト）の混合物を含むポリアクリルアミド又はカンテン平板ゲルを用いて行う．このようなゲルに電圧をかけることによりアンフォライトがゲル内を移動し，pH 勾配が形成される．ゲルの調製時にゲル自体に弱酸又は弱塩基の解離基を導入した固定化 pH 勾配を持ったゲルを用いる場合もある．添加したたん白質がその等電点と同じ pH のゲルの位置にまで泳動されると，たん白質の相対電荷が中和されて移動が止まる．混合するアンフォライトを選択することにより，いろいろな範囲の pH 勾配を作ることが可能である．

理 論

たん白質は電場がかけられたゲル内の等電点の位置では実効荷電が 0 となり移動度がゼロとなるが，拡散作用による移動は認められる．たん白質は通電により形成された pH 勾配の

各々の等電点位置で移動が停止し，そこに濃縮される．この濃縮効果を“フォーカシング（focusing）”と呼ぶ．電圧をかけることにより発生する熱を放散させなければならないため，かけられる電圧には制限があるが，試料量を少なくして高電圧で分析することにより，たん白質の分離度を向上できる．薄いゲルや自動温度調節循環装置を利用した冷却板を用いることによりゲルの発熱を防ぎ，切れのよいフォーカシングが可能となる．分離度 R は隣り合う二つのバンドを分離するのに必要な最小 pI 差（ΔpI）を測定することで算出される．

$$R = \Delta pI = 3\sqrt{\frac{D\left(\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x\right)}{E\left(-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH\right)}}$$

式中，D はたん白質固有の拡散係数，$\mathrm{d}pH/\mathrm{d}x$ は pH 勾配，E は電界強度（V/cm），$-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH$ はたん白質の pH 移動度曲線上における pI に等しい pH での傾きである．D 及び $-\mathrm{d}\mu/\mathrm{d}pH$ はたん白質固有の値であり変えることはできないが，より狭い pH 範囲を用い，電界強度を大きくすることにより分離をよくすることができる．アンフォライト担体を用いて作製された等電点ゲルによるたん白質の分離は非常に良好な結果が得られる．ゲル自体にアンフォライト担体と同様の解離基を導入した固定化 pH 勾配を用いることにより分離度を更に向上させることができる．アンフォライト担体を用いて作製した等電点ゲルでは，0.02 pH 単位以上異なる等電点を持つたん白質を分離できるが，固定化 pH 勾配を用いたゲルでは，約 0.001 pH 単位以上異なる等電点を持つたん白質を分離できる．

操　作

試料の特性並びにその調製には，特に注意を払う必要がある．必要に応じて透析又はゲルろ過法により，試料を脱イオン水ないしは 2 % アンフォライトを含む溶液に調製することが最も望ましい．

ポリアクリルアミド平板ゲルでフォーカシングが完了するのに要する時間は色素たん白質（例えばヘモグロビン）をゲル表面の別々の位置に添加し，電圧をかけることによって確認できる．すなわち，異なる位置に添加した色素たん白質のバンド位置が同一になった時点でフォーカシングが完了したことが確認できる．プロトコールによってはフォーカシングの完了を泳動開始後の経過時間で定めることができる．

適切に調製された標準品又は IEF 用マーカーたん白質と泳動パターンを比較することにより，等電点電気泳動を目的たん白質の確認試験に用いることができる．また，標準品の泳動バンドとの濃淡を比較することにより，限度試験として等電点電気泳動を用いることもできる．更には，デンシトメーターを用いてバンドの濃淡を測定することにより定量法として用いることも可能であり，若しくは同様の操作により目的たん白質のバンドに含まれるたん白質の相対量を測定することも可能である．

装　置

装置の構成は以下のとおりである．

定電圧定電流定電力電源装置．2500 V の電圧を供給できるものが汎用されているが，このような電源装置が操作上，最適と考えられる．また 30 W 以上の出力を持つ装置が望ましい．

適当な材質でできたゲル支持用冷却板を含むプラスチック製等電点電気泳動装置．

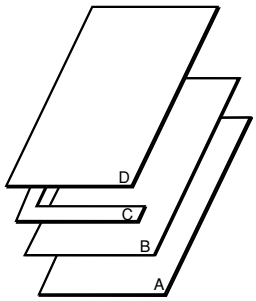
白金電極が付いたプラスチック製カバー．各電極はそれぞれ陽極液及び陰極液で浸された適当な幅，長さ及び厚さの紙芯でゲルと接続される．

ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法：操作の詳細

以下はポリアクリルアミド平板ゲルを用いる等電点電気泳動操作法の詳細であり，医薬品各条に特に規定がない限り本法を用いる．

平板ゲルの調製法

型枠　型枠（図参照）はガラス板（A），ゲルの取り扱いを容易にするためのポリエステルフィルム（B），一つ以上のスペーサー（C），ガラス板（D）及びこれらを固定するためのクランプからなっている．



7.5 % ポリアクリルアミドゲル　アクリルアミド 29.1 g 及び N,N'–メチレンビスアクリルアミド 0.9 g を水 100 mL に溶かす．この液 2.5 容に医薬品各条に規定されたアンフォライト混液を加え，水で 10 容とする．この液を注意深く混和した後，脱気する．

型枠の組み立て　一番下のガラス板にポリエステルフィルムをのせ，スペーサーを置き，2 枚目のガラス板をその上に置き，それらをクランプで固定する．上記で用時調製した 7.5 % ポリアクリルアミドゲルをマグネチックスターラーでかき混ぜながら，10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液 0.25 容及び N,N,N',N'–テトラメチルエチレンジアミン 0.25 容を加え，この液を直ちに型枠のガラス板間の隙間に流し込む．

方　法

型枠をはずし，冷却した支持板を適当な液体 2 ～ 3 mL でぬらし，その上に気泡が生じないよう注意しながらポリエステルフィルム上に重合させたゲルを移す．医薬品各条に規定されたように試料溶液及び標準溶液を調製する．約 10 mm × 5 mm の試料添付用の紙片（複数）をゲル板上に置き，各紙片に試験する試料の規定量を浸み込ませる．また，等電点既知のたん白質溶液の規定量を pH マーカーとしてゲルに載せる．プロトコールによっては紙片の代わりに試料液を添付する溝を持ったゲル板を使用する．ゲルの幅に届く長さに切った 2 枚のろ紙をそれぞれの電極液（陽極液は酸性，陰極液はアルカリ性）に浸す．陽極液及び陰極液のそれぞれの組成は医薬品各条に規定される．これらの紙芯をゲルの両端に端から数ミリメートル重なるように置く．両電極が各紙芯に接触するようにカバーをかける．医薬品各条に規定された電気泳動条件に従って泳動を開始する．標準たん白質混合物の泳動が終了した時点で電流を止め，ピンセットで試料添加用紙片と両電極紙芯を取り除き，ゲル平板を“ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動用固定液”に浸す．室温で 30 分間穏やかにかき混ぜた後，固定液を除き，“脱色液”200 mL を加えて 1 時間，かき混ぜる．脱

色液を捨て，“クーマシー染色液”を加えて 30 分間放置する．次に“脱色液”に浸して透明な背景にバンドが見えるようになるまでゲルを脱色する．医薬品各条に記載されている染色パターンのバンドの位置及び濃度を調べる．

本試験法の細部の変更（検証の必要な項目）

本法を準用して，試験法又は操作法の変更を行う場合には適切な検証が必要である．変更には次のようなケースが含まれる．

（1） 市販平板ゲル，染色及び脱色液のキットの使用
（2） 固定 pH 勾配ゲルの使用
（3） ディスクゲルの使用
（4） 種々のサイズの超薄層（0.2 mm）平板ゲルカセットの使用
（5） 異なるサンプル量若しくは紙以外のサンプル添加手段を含むサンプル添加操作法の変更
（6） ゲルの寸法や装置に応じた電流，電圧等の変更や，バンドの移動度から判断するのではなく定められた泳動時間の分離等，種々の泳動条件の利用
（7） プレフォーカシング段階の組み入れ
（8） 自動装置の使用
（9） カンテンゲルの使用

等電点電気泳動操作法の検証

本法と異なる方法を採用する場合にはその検証を行う必要がある．次の判断基準により分離能を評価することができる．

（1） 例えば等電点既知の着色 pH マーカーを用いる場合は目的とする安定な pH 勾配が形成されているかどうかの評価
（2） 被験物質の標準物質の泳動パターンと被験物質の電気泳動パターンとの比較
（3） 医薬品各条に記述された以外の評価基準

本法の規定の変更

特定の物質の分析に必要な本法の変更は各医薬品各条に詳細に規定することができる．これらには次のものが含まれる．

（1） 泳動ゲル中への尿素の添加（3 mol/L の濃度がたん白質を可溶化しておくのに必要な量としてしばしば用いられるが，8 mol/L まで用いることもできる）：等電点において沈殿を生じるたん白質がある場合には，沈殿を起こさせないようにゲルの組成に尿素を加える．尿素を使う必要がある場合には，たん白質のカルバミル化を防ぐために用時調製した溶液を用いるべきである．
（2） 他の染色法の利用
（3） たん白質の凝集や沈殿を防ぐために非イオン性の界面活性剤（例えばオクチルグルコシド）や両親媒性の界面活性剤（例えば 3-[(3-Cholamidopropyl) dimethylammonio]-1-propanesulfonate（CHAPS）や 3-[(3-Cholamidopropyl)dimethylammonio]-2-hydroxy-1-propanesulfonate（CHAPSO））を添加したゲルの使用や試料へのアンフォライトの添加

注　意

試料はゲルのどの場所にでも添加できるが，極端な pH 環境に試料をさらすことのないように電極付近に試料を添加することは避けるべきである．試験法を開発する場合に，被験試料をゲルの三つのポイント（中心と両端）に添加することができるが，両端に添加したたん白質の泳動パターンは同一にはならないことも起こりうる．

フォーカシングを長時間行うと pH 勾配が崩れて「pH ドリフト（陰極流）」と呼ばれる現象が起こる可能性がある．その機構は完全に解明されているわけではないが，電気的浸透圧と二酸化炭素の吸収が陰極流を引き起こす要因であると考えられている．pH ドリフトはゲルの陰極側からフォーカスしたたん白質が外へ泳動されてしまう現象である．固定化 pH 勾配を用いることによりこの問題を解決することができる．

泳動中はゲルを支えるゲル支持板を十分に冷却（約 4℃）することが重要である．電気泳動中に高い電場をかけると発熱することがあり，ゲルのフォーカシングにも影響する．

試薬・試液

ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動用固定液　5-スルホサリチル酸二水和物 35 g 及びトリクロロ酢酸 100 g に水を加えて溶かし，1000 mL とする．

◆**クーマシー染色試液**　クーマシーブリリアントブルー R-250 125 mg を水/メタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）100 mL に溶かし，ろ過する．

脱色液　水/メタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）◆

18. 日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件

はじめに

日局に収載された医薬品の品質規格は，当該医薬品の品質管理や品質の恒常性確保はもとより，有効性，安全性を確保する上にも基本的な役割を果たすべきものと考えられている．一方，近年，医薬品の品質や安全性等の確保に関する時代の要請は極めて厳しいものとなってきている．生物起源由来の医薬品やバイオテクノロジー技術応用医薬品などの生物薬品に関しては，特に安全性確保の面での懸念が強くなってきていることに留意した対応が望まれている．生物薬品の場合，最終製品の品質規格のほかに，その起源の選択と適格性評価，製造工程の妥当性評価とその恒常性維持及び特異的な物性をいかにコントロールするかが品質，安全性確保上のキーポイントとなる．これらの点をふまえ，局方の枠組みの中でいかにその品質，安全性等を確保するかが改めて問われてきていると考えられる．そこで，本参考情報はこれらの課題を解決するためにどのようなアプローチがあるかについて述べている．

日局収載医薬品の品質・安全性等の確保は，科学の進歩，経験の蓄積を反映してその時代における最も先端的な方法，考え方でなされることが望ましい．本参考情報では，現時点における科学的考察の到達点を示すことを試みた．これにより，日局収載医薬品のみならず，生物薬品の品質・安全性確保が時代を反映したより科学的根拠に基づくものとなり，また，各条収載に関する効率的な審議の推進につながることが期待される．

1. 日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための基本方策

日本薬局方生物薬品には，ほ乳類等の生体組織や体液（尿，血液等）に由来するものが含まれる．ヒト又は動物細胞株由来のたん白質性医薬品（組換え医薬品，細胞培養医薬品などのバイオ医薬品）も含まれる．これら日局生物薬品のウイルスに対する総合的な安全性確保を図るための必要な基本的方策には，次のようなものが挙げられる．1）ウイルス汚染の可能性（汚

染源）について熟知すること，2）原材料及びその起源たるヒトや動物の適格性に関して慎重に吟味すること，及び医薬品の製造基材と定めた段階の試料（例えばプールした体液や細胞バンクなど）において徹底的な解析とスクリーニングを行い，ウイルス存在の有無及び存在するウイルスの種類・性質について検討すること，3）ウイルスやウイルス様粒子が存在した場合，どの程度ヒトへの有害性が高いかを検討・確認すること，4）ヒトに感染性や病原性を示すウイルスが存在しないような製造関連物質（試薬，抗体カラムなど）を選択すること，5）必要に応じて最終製品を含む製造工程の適当な段階の製品のウイルス否定試験を実施すること，6）製造工程によるウイルスクリアランスを達成するために工程中にウイルスの除去・不活化に関する効果的な方法を用いること，各種の方法の組合せによるより高いウイルスクリアランスの達成に留意すること，7）周到なウイルスクリアランス試験計画を立てること，8）ウイルス不活化及び除去を評価する試験を実施し，評価すること．これらの方策を，段階的にかつ相互補完的に活用していくことによって，生物薬品のウイルス面での安全性を確保，向上させることが可能になるものと考えられる．

2．各条及び参考情報におけるウイルス安全性確保策

1．で示した日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための方策は，本参考情報に一括して必要な留意事項，具体的情報を記載している．各条では，当該各条に特殊な留意事項がある場合は別にして，一般には，「健康な動物から製し，原材料又は医薬品の製造基材及び生物起源由来の製造関連物質にはヒトに感染性や病原性を示すウイルスの存在は否定されている」こと，又は「ウイルス安全性に関し適格性及び妥当性が評価された細胞株及び培養方法を用いて製し，生物起源由来の製造関連物質にはヒトに感染性や病原性を示すウイルスの存在は否定されている」こと，及び「感染性や病原性を示すウイルスを除去できるような製造工程で製造されている」などの趣旨を記載して，ウイルス安全性を考慮すべき製品との注意を喚起するとともに，安全性上懸念されるウイルスについての必要な試験や工程評価試験はなされていることを明らかにしておくべきと思われる．

3．本参考情報において盛り込んだ事項と内容

ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品のウイルス安全性については，ICH 国際合意文書を受けた国内版通知「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」（平成 12 年 2 月 22 日付医薬審第 329 号 厚生省医薬安全局審査管理課長通知）があり，また，血漿分画製剤については，「血漿分画製剤のウイルスに対する安全性確保に関するガイドライン」がある．日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための本参考情報は，基本的にこれらのガイドラインに盛り込まれた事項を参考にしながら，日局に収載されている生物薬品はもとより，将来収載される可能性のあるすべての生物薬品，すなわち生体組織や尿などの体液に由来する生物薬品，更にはヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品などのウイルス安全性確保に必要な一般的留意事項及び各論を盛り込んでいる（表 1）．

表 1　日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための参考情報に含まれる事項

Ⅰ　はじめに
1. 日局生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための基本方策
2. 各条及び参考情報におけるウイルス安全性確保策
3. 本参考情報において盛り込んだ事項と内容

Ⅱ　一般的事項
1. 目的
2. 背景
3. ウイルス安全性確保策における未知のリスク問題
4. 適用範囲
5. 日局生物薬品がウイルスに汚染される可能性（ウイルスの汚染源）
6. ウイルス安全性確保の基本
7. ウイルス試験の限界
8. ウイルスクリアランス試験の役割

Ⅲ　原材料・医薬品製造基材
1. 原材料・医薬品製造基材の起源たる動物種と採取部位に依存した問題と対策
2. 原材料・医薬品製造基材の供給源としてのヒトや動物の適格性評価試験

Ⅳ　製造及びウイルス試験に係わる留意事項
1. 精製工程前のウイルス試験
2. 中間原料等の受け入れ試験としてのウイルス検査
3. 最終製品におけるウイルス試験

Ⅴ　ウイルスクリアランスに関する工程評価
1. ウイルスクリアランスの工程評価の意義，目的，一般的留意事項
2. ウイルスの選択
3. ウイルスクリアランス試験の設計
4. ウイルスクリアランス試験結果の解釈
　1）ウイルスクリアランス指数の評価
　2）ウイルスクリアランス指数の計算法
　3）結果の解釈及び評価上留意すべき事項

Ⅵ　統計
1. ウイルス力価測定における統計学とその留意点
2. ウイルスクリアランス試験の再現性，信頼限界

Ⅶ　ウイルスクリアランスの再評価が必要な場合

Ⅷ　ウイルスクリアランス試験に係わる測定法
1. ウイルス感染価の測定法
2. 核酸増幅法（NAT）による検査

Ⅸ　記録と保存

Ⅹ　その他

3.1　目的

ほ乳類等の生体組織や体液に由来する生物薬品及びヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品のウイルスに対する総合的な安全性確保策についての考え方について提示することを目的とする．すなわち，①ウイルス汚染源についての配慮，②原材料の選択及びその起源たるヒトや動物の適格性に関する適切な評価，③医薬品の製造基材段階におけるウイルス試験とその解析・評価，④生物起源の製造関連物質（試薬，抗体カラム

など）の選択に関する適切な評価，⑤製造工程の適当な段階の製品における必要に応じたウイルス否定試験の実施，⑥ウイルスクリアランス試験計画の立案，⑦ウイルスクリアランス試験の実施と評価，などに関する方策や留意事項について記述し，これらの要素を相補的に適切に組み合わせることによって，生物薬品のウイルス面での安全性を確保，向上させることを包括的に示すことを目標とする．

3.2 背景

ヒトあるいは動物を直接起源とする生物薬品や，ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品（組換え医薬品，細胞培養医薬品などのバイオ医薬品）において留意すべき安全性上の極めて重要な課題の一つにウイルス汚染の可能性がある．ウイルス汚染が発生すれば，臨床使用において深刻な事態を招く可能性がある．ウイルス汚染は，原材料・医薬品製造基材に由来して起きる可能性がある．また，製造工程中に外来性因子として混入した結果生じる可能性もある．

日局生物薬品や細胞株由来たん白質性バイオ医薬品は，従来から医療に多大の貢献を果たしてきており，また，過去にウイルスによる安全性上の問題が生じたことはない．しかし，より慎重なかつ科学的合理性に基づいた安全性確保措置をとることにより，不測の事態を未然に防ごうとすることは，健康被害の未然防止に関する社会の強い関心を考慮すると社会的要請として重要である．生物起源由来の医薬品のウイルス安全性をどのような視点でどこまで追求すべきかは，関係者にとって常に大きな関心事であり課題でもある．

この課題を論ずるに当たって，まず二つの基本的なことを再確認しておく必要がある．その一つは，医薬品が持つ科学的側面，医学的側面，社会的側面を考慮する必要があるということである．すなわち，「医薬品はリスクとベネフィットを科学的，社会的に勘案して医療のために活用するという特徴を持つ社会的資産である」ということである．社会的資産である医薬品を医療現場へいかに速やかに効率よく安定供給し，患者に福音をもたらすかが医薬品関係者の目標であり使命であるということである．

もう一つは，ウイルス安全性は個別医薬品の成分本体に関わる安全性（狭義の安全性）とは独立した，いわばより一般的な医薬品安全性（広義の安全性）に関わる課題であると整理して考える必要があるということである．日局医薬品のように当該医薬品が長期間にわたり臨床で使用されてきたものの場合，広義の安全性については疫学的に立証されているものと考えられるので，その実績は極めて重い意味を持つ．しかし，個別医薬品（成分）本体の安全性とは異なり，ウイルス汚染の可能性という事の本質を考えれば，実績のみで将来にわたる当該医薬品のウイルス安全性を必ずしも保証できないことも考慮しなければならない．実績を評価しつつ，適切な予防的措置についても配慮を尽くすという方策が，日局生物薬品のウイルス安全性という広義の医薬品安全性を確保する上での基本となるべきであると考えられる．

予防的措置に対する取り組みとしては，とりあえず規制や試験実施を理論的に考えられる最大限行って安全性を保証するという方策もないわけではない．しかしそうした方策を科学的吟味や使用実績に対する評価を十分に行うことなく一般的に適用すると，必ずしも科学的合理性をもたない過度な規制や試験実施の要求となる．その結果，実績がある医療上重要な医薬品の医療現場への速やかで効率的な供給に支障をきたし，医薬品という社会的資産が必ずしも有効に活用されない結果になる可能性がある．医薬品の最大の特徴は，有効性と安全性上の要件という両刃を持ちながら医療に活用しようとする剣である．有効性と安全性上の要件というのはその時点での科学の結晶として導き出され，有用性というバランスシートで相対的に評価されるべきものである．適正な科学的合理性に基づかない安全性上の過度な懸念にウエイトを置くあまり，有用性評価がバランスを欠くものになってはならない．バランスのとれた適切な科学的有用性評価に時の社会的関心，評価が加味され，当該医薬品は社会的資産として活かされることになる．言い換えれば，医薬品という社会的資産は，その時点での科学の結晶を社会が医療のために活用するという特徴を持つ共通の資産であり，活用に当たってのキーポイントは科学的，社会的評価に基づくリスクとベネフィットのバランスにある．生物起源由来の日局医薬品のウイルス安全性をどのような視点でどこまで追求すべきかは，これらの要素を勘案しながら検討する必要がある．

また，一般に医薬品のリスクとベネフィットは，当該医薬品が使用される分野における他の医薬品や治療法との相対的な比較において論じられるべきものであり，代替薬や類薬，代替治療法の有無とそれらとのリスクとベネフィットの比較評価によって当該医薬品の有用性が最終的に評価されることになる．

このような背景のもと，本稿の目的は，科学的に合理性のある日局生物薬品のウイルス安全性に関する方策を論じることにある．科学的合理性のある方策とはあくまで現時点の科学的知識で想定できる問題に対して，現状の科学水準に基づき，適切かつ効果的に対応することである．言い換えれば，汚染の可能性を想定するウイルスは，種類，形態，粒子サイズ，物理的・化学的性質などにおいて既存のウイルス学の知見の範囲にあるものであり，また，当該生物薬品の起源であるヒトあるいは動物，組織や体液，製造過程に使用する試薬，資材，添加物等に存在が予測されるウイルスである．試験としては，これらのウイルスを対象とした検出法を適用し，ウイルスクリアランス試験を考慮することになる．

3.3 ウイルス安全性確保策における未知のリスク問題

リスクの問題には既知のリスクと未知のリスクがある．

医薬品（医薬品成分）が本質的に有しているか，品質上の限界から不可避的に存在するいわば既知のリスクに対しては，試験方法や評価基準を明確にしやすいし，リスクをいわば定量化することも可能である．すなわち，既知のリスクはベネフィットとの関係においてバランスシートに乗せて評価しやすい．日局医薬品はこの点に関しては既に相応の評価が定まっているものと考えられる．

一方，ウイルス安全性確保上，不可避的に課題となる未知のリスクは対象も特定できず，量的な概念も適用しにくいので，対策や評価は必ずしも容易ではない．これは，医薬品関係者が英知を結集して対処しなければならない課題である．

未知のリスクについて考慮するとき，“未知であるから危険である”という視点と，“何が未知でそれに対していかに安全性確保を図るか”という視点がある．

“未知であるから危険である”というのは，それ自体既に一つの評価であり，医薬品としての可否を決定づける最終判断につながるものである．こうした評価・判断に至るときは，合理性のある科学的又は社会的な判断根拠に立脚しているべきであ

る．

例えば，「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されたが，同定確認ができず，したがって危険性も否定できない」というケースでは，“未知であるから危険である”という評価に科学的合理性，妥当性がある．しかし一方，「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されないが，未知の何かがあるかも知れない‘おそれ’がある」として“未知であるから危険である”とするような評価の仕方は，その限りでは合理性のある科学的又は社会的な判断根拠に立脚しているとはいえない．ウイルス安全性問題に関しては，慎重の上にも慎重であるべきことは言うまでもないが，少なくとも‘おそれ’の内容について明確に説明できるのでなければ，‘おそれ’は，社会的資産である医薬品を医療に活用しようとする意義ある使命との間で齟齬をきたす可能性がある．

科学的観点から英知を発揮すべきは，「未知の何かがあるかも知れない‘おそれ’がある」として，「危険である」とするのではなく，“何が未知でそれに対していかに安全性確保を図るか”という課題に取り組むことであろう．その際，現段階での科学的知識を基に，“何が未知であるか”という問題を立てられるもの，立てるべきものを明確にすることが重要である．それによって初めて“安全性確保を図る”ための方策を考えることが可能になるからである．

ウイルス安全性における未知のリスクの防止という概念を“何が未知であるか”という前提なしにつきつめていけば，理論的には「未知なるものは」どこまでも残るので際限のない問いかけになる．このようなアプローチをすると，「問題」と「対策」を科学的に関係付けることはできなくなり，結果的には過度な規制や試験実施の要求につながることになる．しかし，そうしてみても科学的に関係付けのない「対策」が「何が未知であるかわからないという問題」に有効である可能性は極めて少ないであろう．

例えば，「製造工程中にどのようなウイルスが迷入してきても，精製工程がウイルスをクリアランスできる十分な能力を有することを評価する」という場面における“何が未知であるか”は，「どのような既存ウイルスが迷入してくるかが未知」という問題設定であるべきである．「どのようなウイルスが世に存在しているかが未知」ということではない．前者の問題設定では，DNA ウイルス又は RNA ウイルス，エンベロープを有するウイルス又は有さないウイルス，粒子サイズ，物理的・化学的性質など，現在われわれが知り得るウイルスを前提とした上での問題設定となる．迷入してくるウイルスは未知でも，そのウイルスは種類，形状，諸性質などにおいて既存の学問，知識の範囲内にあるものという前提である．そうした前提をふまえ，既存の学問，知識の範囲内にあるウイルスのいずれかが迷入した場合の工程が持つクリアランス能力を評価するということであれば，核酸の種類，エンベロープの有無，粒子サイズ，物性等の異なる 3 種類程度のモデルウイルスを適切に組み合わせて精製工程のウイルスクリアランス特性解析試験を行えば，既存のすべてのウイルスのクリアランス状況をシミュレートしたことになり，“安全性確保を図る”ための方策になる．

「どのようなウイルスが世に存在しているかが未知」という点に関しては，ウイルス学の将来の研究課題としてあり得るが，ウイルスクリアランス試験における問題設定としては適切とはいえない．また仮に，現在知られているいかなるウイルスよりも粒子サイズが小さい未知ウイルス，又はいかなるウイルスも持たない物理的・化学的性質をもつ未知ウイルスが存在するかも知れないという問題設定が机上でできたとしても，そのようなウイルスモデルが現に存在しない以上，現在の科学水準では実験的には対応のしようがない．また，想定されるウイルス粒子サイズや性質が不明な以上，既存のいかなる方法や技術を駆使してウイルスクリアランス試験を行ってみても“安全性確保を図る”ための方策にはならない．同様に，現在のスクリーニング法では検出できない「未知」のウイルスが存在するかも知れないと問題設定してみても，対応のしようはなく，どのような段階で，どのようなウイルス検出試験を課してみても“安全性確保を図る”ための方策とはならない．

科学的合理性を過度に超えた規制や試験実施の要求は，医薬品供給側に人的，経済的，時間的負担の増大をもたらすことになるが，これはひいては医療現場への迅速，効果的，経済的な医薬品供給に影響を及ぼすことになる．医薬品が科学的に評価されるべきものであり，社会的資産であることを考慮すれば，いかに科学的に合理性のあるアプローチで人的，経済的，時間的負担を最小限にして最大限の安全性を確保するかが課題であると思われる．

ここで，これらの課題の達成は，医薬品供給側の適切な対応をすべての前提にしていることを改めて確認する必要がある．例えば，前述の「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されないが，未知の何かがあるかも知れない‘おそれ’がある」という問題設定では，「医薬品生産のある工程にウイルス，ウイルス様粒子又はレトロウイルス様粒子が検出されない」と判断した試験が，その時点の科学的水準からみて妥当なものであることを当然の前提条件としている．こうした前提の成立に疑問がある場合は，「未知の何かがあるかも知れない‘おそれ’がある」と問われるのは当然である．

3.4 適用範囲

国内で使用される生体組織や体液に由来する日局生物薬品及びヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品を適用対象とする．ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品の場合，前述の医薬審第 329 号「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」通知施行後に開発・承認された製品は通知に従った対応がなされているはずであるが，それ以前に承認された製品では対応が必ずしも十分になされていないものもあると思われる．これらバイオ製品については日局収載時までに参考情報に適合するよう必要十分な検討が行われることが期待される．一方，血液製剤に関しては，生物学的製剤基準に収載され，また「血漿分画製剤のウイルスに対する安全性確保に関するガイドライン」が適用されるので，日局参考情報の適用対象外とする．更に生物起源由来物質でもアミノ酸，糖類，グリセリン等のような比較的低分子の化合物や，感染性や病原性を示す高分子化合物でもゼラチンのようなものは，その製法や精製法からウイルスの迷入の可能性が考えられないケースが多く，また，たん白質には適用できないような強力なウイルス不活化/除去操作を適用することも可能なので，これらについては，適用対象外とするのが合理的である．ただし，本情報に盛り込まれた事項のうち合理的に適用できる部分があれば，参考にすればよい．なお，日

局には収載されていない生物薬品であっても，本文書の適用対象となる日局生物薬品と同様なものについては，本参考情報を参考にしてウイルスに対する総合的な安全確保対策をとることが推奨される．

3.5 日局生物薬品がウイルスに汚染される可能性（ウイルスの汚染源）

日局生物薬品がウイルスに汚染される可能性（ウイルスの汚染源）について注意を喚起し，また対応策について言及しておくことは，ウイルス汚染の可能性をもとから絶ち，安全性確保の確率を高めるという意味において重要である．生物薬品の多くはヒト又は動物の組織，体液等を起源・原材料とした「医薬品製造基材」から製造され，その精製過程や製剤化の過程においても生物起源由来の試薬，カラム材料又は医薬品添加剤として生物起源由来物質を用いる場合があることより，これらを汚染源として伝播するウイルスについて十分な安全対策を実施しなければならない．また，ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品についても医薬品製造基材である細胞株及びそれ以降の製造過程におけるウイルス汚染の可能性について配慮が必要であることは医薬審第 329 号通知に述べられているとおりである．

なお，ここで「医薬品製造基材」とは，原薬の品質・安全性を確保する上で決定的に重要な位置づけにあると定めた原薬製造のための出発素材と定義する．「医薬品製造基材」は，ヒト又は動物の組織，体液等そのものである場合もあり，尿等にあってはプールしたものである場合もあり，また，一定の処理を経たものである場合もある．ウイルス汚染に関する本格的な試験，評価及び管理は「医薬品製造基材」を起点とする考え方で実施するのが合理的であることも多いと思われる．「医薬品製造基材」段階で試験，評価，又は品質管理の程度を徹底化すればするほど，より上流段階の原材料や個体レベルでの評価や管理は合理化することができる．逆に，上流段階の原材料や個体レベルでの評価や管理の程度を厳密にすることによって，「医薬品製造基材」段階での試験，評価，又は品質管理の程度を合理化することもできる．

現在日局に収載されている生物薬品のウイルスに対する安全性確保のための方策は，個々の製剤に規定された製造方法や規格試験法にうかがわれるが，起源・原材料・医薬品製造基材から精製工程，最終製品に至る全体を俯瞰した，総合的かつ合理的なウイルス安全性確保対策についての統一された方針や情報については明確にされてこなかった．まず第一に重要な要素は，起源動物，原材料，医薬品製造基材のいずれかの段階でウイルス汚染の可能性を徹底的に排除する方策を講ずることである．生物薬品の例ではないが，原材料・医薬品製造基材からのウイルス汚染の例としては，古くは血液分画製剤において A 型肝炎ウイルス（HAV）や C 型肝炎ウイルス（HCV）が混入したケースが知られている．また，1980 年代の血漿分画製剤によるヒト免疫不全ウイルス（HIV）感染も記憶に新しいところである．今回の参考情報ではこのような歴史的教訓に学びながら，日局生物薬品のウイルスに対する総合的な安全性を確保するための具体的な指針を示そうとするものである．ヒト由来で病原性をもつ感染性ウイルスで，医薬品原材料等に混入する可能性があり，注意すべきものとして現在までに明らかになっているものには，HIV，HAV，B 型肝炎ウイルス（HBV），HCV，ヒト T 細胞白血病ウイルス（HTLV-Ⅰ/Ⅱ），ヒトパルボウイルス B 19，サイトメガロウイルス（CMV）などがある．ヒト又は動物由来の組織，体液等を原材料・医薬品製造基材とする生物薬品には，常にこのようなヒトに対して病原性が知られているウイルスによる汚染やその他のウイルス潜在の可能性があり，安全対策は徹底して実施する必要がある．また，原材料・医薬品製造基材とする生体成分以外の材料からのウイルス汚染の可能性，例えば，製造工程で酵素やモノクローナル抗体カラムを用いる場合又は安定化剤にアルブミン等を用いる場合には，それぞれの起源動物あるいは細胞由来のウイルスなどによる汚染の可能性に対する注意も必要である．更に，製造施設環境から汚染される可能性や製造従事者より汚染される場合，又は製品取り扱い中におけるウイルス汚染の可能性も考えられないわけではないので，これらにも留意した対策が必要である．

ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品の場合，細胞には，潜伏感染又は持続感染状態のウイルス（例えば，ヘルペスウイルス）又は内在的なレトロウイルスが存在している可能性がある．また，1）感染した動物からの細胞株の入手，2）細胞株を樹立するためのウイルスの使用，3）汚染された生物起源由来の試薬（例：動物血清成分）の使用，4）細胞取り扱い中における汚染などにより，外来性のウイルス汚染が発生する可能性がある．医薬品製造過程では，1）培養等に使用する血清成分のような生物起源由来の試薬の汚染，2）目的たん白をコードする特定の遺伝子の発現を誘導するためのウイルスの使用，3）精製等に使用するモノクローナル抗体アフィニティーカラムのような試薬の汚染，4）製剤化に使用する添加剤の汚染，5）細胞及び培養液の取り扱い中における汚染などの原因により外来性ウイルスが最終製品に迷入する可能性がある．なお，細胞培養パラメーターをモニターすれば，外来性ウイルスの汚染の早期発見に役立つとされている．

3.6 ウイルス安全性確保の基本

ヒト又は動物由来の組織，体液，細胞株等を原材料・医薬品製造基材とする生物薬品のウイルスに対する安全対策は，次に示す複数の方法を適切かつ相補的に行うことにより達成される．

（1） ウイルス汚染の可能性（汚染源）について熟知すること
（2） 原材料及びその起源たるヒトや動物の適格性に関して慎重に吟味すること，及び医薬品の製造基材と定めた段階の試料において徹底的な解析とスクリーニングを行い，ウイルス存在の有無及び存在するウイルスの種類・性質について検討すること
（3） ウイルスやウイルス様粒子が存在した場合，どの程度ヒトへの有害性が高いかを検討・確認すること
（4） ヒトに感染性や病原性を示すウイルスが存在しないような生物起源製造関連物質（試薬，抗体カラムなど）を選択すること
（5） 必要に応じて最終製品を含む製造工程の適当な段階の製品のウイルス否定試験を実施すること
（6） 製造工程によるウイルスクリアランスを達成するために工程中にウイルスの除去・不活化に関する効果的な方法を用いること．各種の方法の組合せによるより高いウイルスクリアランスの達成に留意すること
（7） 周到なウイルスクリアランス試験計画を立てること
（8） ウイルス不活化及び除去を評価する試験を実施し，評価すること

製造業者は，それぞれの製品や製造工程について，ウイルスに対する安全性を保証するための総合戦略の中で採用したアプローチを説明し，その妥当性を示す必要がある．その際，参考情報で推奨されているアプローチを合理性がある限り適用するべきである．

3.7 ウイルス試験の限界

ウイルスの存在の有無を検出するにはウイルス試験を実施する．しかし，ウイルス試験には，それだけでウイルスが存在しないことを決定的に結論づけたり，製品の安全性を確立するのに十分であるというものはなく，限界があることを認識しておく必要がある．例えば，1）統計的理由により低濃度のウイルスを検出するときの感度がサンプルサイズに依存するなど定量性の面で固有の限界がある．また，2）通常，いかなるウイルス試験法にも検出限界が存在するため，ウイルス試験の結果が陰性であってもウイルスの存在を完全に否定できないこともある．更に，3）用いたウイルス試験法がヒト又は動物由来の組織，体液等に存在するウイルスの検出に特異性や感度において必ずしも適切ではなく，それらを検出できない場合もあり得る．

ウイルス試験の方法は学問や技術の進歩と共に向上するため，試験の実施に当たりその時点での科学的に最高水準の技術を取り入れ，適切に行うことでウイルス検出の確度を高める努力を前提とすることはいうまでもないが，それでも，上記の様々な限界を完全に乗り越えることはできない．また一方，生物薬品の製造過程では，ウイルスが混入してくる可能性を完全には否定できないので，これらを念頭においた上で安全対策を講ずる必要がある．

したがって，最終製品に感染性ウイルスが存在しないという，より確実な保証は，多くの場合，原材料・医薬品製造基材や製品を直接試験して否定することのみでは得られず，その精製法のウイルス不活化/除去能力を併せて示すことによって得られると考えるべきである．

3.8 ウイルスクリアランス試験の役割

前項で述べたウイルス試験の限界及びヒト・動物由来の生物薬品の原材料・医薬品製造基材にはウイルス潜在の可能性があること，又は製造過程での外来性ウイルス迷入の可能性を前提にすると，ウイルスに対する安全対策の上で重要なことの一つは，原材料等において検出できなかったウイルス及びその後の不測の事態で迷入したウイルスを製造工程でいかに除去や不活化ができるかである．ウイルスクリアランス試験を実施する目的は，精製工程や，製造工程中に組み込まれたウイルス除去や不活化過程が，どのようなウイルス除去/不活化能力を有しているかを実験的に評価することである．このためにウイルス粒子のサイズ，形状，エンベロープの有無，核酸の種類（DNA型，RNA 型），耐熱性や化学的処理に対する抵抗性などの特性を考え，適切なウイルスを選択し，実験室規模での添加試験（スパイク試験）を実施することにより，原材料等において検出できなかったウイルス及びその後の不測の事態で迷入したウイルスに対する除去及び不活化能力を検討・評価することが必要である．

このように，ウイルスクリアランス試験の役割は，製造工程が有するウイルス除去及び不活化能力をモデル試験により推測することであり，ヒト又は動物由来の個々の生物薬品がウイルス安全性に関して受け入れられるレベルに達しているという科学的根拠を得ることに寄与するものである．

ウイルスクリアランス試験の実施に際しては，個々の製品ごとにその起源，原材料・医薬品製造基材や製造方法の特徴を十分に考慮して，最終製品がウイルス安全性において問題がないことを最も確実にかつ合理的に保証できるよう適切なアプローチ法を採用する必要がある．

4．原材料・医薬品製造基材

4.1 原材料・医薬品製造基材の起源たる動物種と採取部位に依存した問題と対策

現在日局に収載されている生物薬品でウイルスに対する安全対策が必要なものの原材料・医薬品製造基材は，動物種としては主にヒト，ウシ，ブタ，ウマ等より得ている．いずれも健康な個体由来であるべきことは当然である．動物の場合，野生の動物は避け，可能な限り適切に規定された特定病原体感染防止条件（SPF：specific pathogen-free）に適合したコロニー由来で，適切な微生物汚染防止策や汚染監視システムを含む衛生管理の行き届いた環境下で飼育された動物個体を使用する．食肉基準がある動物種についてはこれを満たした動物個体を使用する．動物種に応じて考慮対象とすべきウイルスが異なってくるが，動物個体の衛生管理状況，食肉基準等への適合状況によっては，検討すべきウイルスを更に絞り込むことも可能であろう．一方，同一の動物種であっても，原材料・医薬品製造基材を採取した部位に応じても対策を講じる必要がある．例えば，血液やある特定の組織から原材料・医薬品製造基材を得る場合には，それぞれに特徴的に存在する可能性があるウイルスのリスク度やそのウイルスが増殖するリスクについて考慮する必要がある．その方策は，尿や乳汁等の体外排泄物や分泌物が原材料・医薬品製造基材である場合のそれとは異なるかも知れない．なお，下垂体などの原材料を用いる場合は伝達性海綿状脳症（TSEs）に対する考慮も必要となるであろうが，これらの病原体に対する方策は本参考情報では対象範囲外とする．基本は，当該動物に TSEs の汚染の報告がない国（地域）由来の原材料等や TSEs に感染していない動物あるいは感染の危険性が報告されていない動物種由来の原材料等を使用することである．使用する原材料等と TSEs に対する考慮事項について明確でない点がある場合にはあらかじめ規制当局と協議することが推奨される．

わが国における生物薬品の製造に用いられる原材料・医薬品製造基材としては以下のものがある．

（1） ヒト由来生物薬品

ヒト由来生物薬品の原材料を得るソースとしては，血漿，胎盤，尿などが用いられている．これらの原材料については，各々の原材料を得た個人ごとにその適格性を問診したり検査したりすることが可能なケースと原材料の種類によっては個人レベルでの十分な検査ができない場合がある．個体レベルで十分な検査が不可能な場合は，その後の製造工程における適切な段階，例えば医薬品製造基材と規定した段階でウイルス汚染を否定する検査を行う必要がある．

（2） ヒト以外の動物を用いて製造される生物薬品

動物由来の生物薬品としては，ウシ，ブタ，ウマ等の血漿や各種組織より，インスリンや性腺刺激ホルモンなどが製造されている．

（3） ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品

ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品の場合，ヒト又は動物起源細胞株が実質的な原材料であり，医薬品製造の

直接の製造基材はクローン化された細胞株から調製された細胞バンク（マスター・セル・バンク，ワーキング・セル・バンク）である．ウイルス安全性面での適格性は，一般には細胞バンクレベルで十分に検討すればよいと考えられるが，起源たる動物のウイルス面に関しての情報やマスター・セル・バンクのもとである細胞株樹立の経緯が詳細であればあるほど，マスター・セル・バンクの適格性評価試験をより適切かつ合理的に計画及び実践できることは言うまでもない．

4.2 原材料・医薬品製造基材の供給源としてのヒトや動物の適格性評価試験

（1） ヒト由来生物薬品

ヒト由来生物薬品にあっては，健康なヒトから得た体液等を用いることが必須である．更に，各々の原材料を得た個人ごとにその適格性を問診したり検査したりすることが可能でかつ必要なケースでは，適切なプロトコールに従って問診を行うと共に，特異性や感度，精度が十分に評価された試験法を用いて血清学的検査を行い，少なくとも HBV，HCV 及び HIV の存在が否定されたヒトより得た原材料を用いるべきである．また，特異性，感度及び精度が十分に評価された核酸増幅法（NAT）を用いて HBV，HCV 及び HIV の遺伝子の検査を実施する必要がある．

一方，ヒト尿のように各々の個人レベルでは通常の健康診断程度以上の十分な検査を行うことができないか又は個別検査することが合理的ではない原材料にあっては，プールした原材料を医薬品製造基材として，特異性，感度及び精度が十分に評価された抗原検査や核酸増幅法（NAT）等を用いて少なくとも HBV，HCV 及び HIV の存在を否定しておくべきである．

（2） ヒト以外の動物を用いて製造される生物薬品

生物薬品の製造に用いられる動物は，適切な健康管理を行われており，様々な検査によりその動物が健康であることが明らかにされている必要がある．更には，飼育されている群が適切に管理された飼育条件にあって全く異常な個体が発生していないことも必要である．また，ヒトに感染症や疾病をもたらすことが知られている各々の動物特有のウイルスの存在については，否定できる情報や科学的根拠を示すか，血清学的又は核酸増幅法（NAT）等を用いて否定しておくべきである．各々の動物に感染することが知られている人獣共通感染ウイルスの例を表 2 に暫定的に示した．表 2 は更に吟味して完成する必要があるが，これらすべてについて，各動物個体，原材料となる組織，体液等，又はプールした原材料（医薬品製造のための直接の基材）のレベル等で実際に試験を行って否定することが必須であるという意味では必ずしもない．表 2 は動物の由来，健康状態，健康管理や飼育状況，食肉基準に適合しているか否かなど，多くの関連情報を含め，ある特定の動物種を起源とした場合にどのようなウイルスに着目して試験を行うべきか，必ずしも行う必要がないかなどを総合的に考察するための参考資料の一つとして利用するためのものである．個々のケースについてはどのようなウイルスを対象にどのような検討を行えば現実問題として合理的なのかについて十分に吟味し，その根拠を明らかにすることが重要である．

（3） ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品

医薬品製造基材であるマスター・セル・バンク（MCB）において，医薬審第 329 号通知「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」に記載された要領に沿って内在性及び非内在性のウイルスによる汚染の有無を徹底的に検討する必要がある．また，医薬品製造のためにイン・ビトロ細胞齢の上限にまで培養された細胞（CAL）についても，適切な外来性ウイルス試験（例えば *in vitro* 及び *in vivo* 試験）及び内在性ウイルス存在の有無について試験を実施し，評価する必要がある．医薬品製造のための出発細胞基材としての各ワーキング・セル・バンク（WCB）については，それ自体を対象に又は各 WCB を培養した CAL の段階で，外来性ウイルスに関する試験を実施すること．適切な非内在性ウイルスの試験が WCB のもとである MCB で実施され，かつ，その WCB に由来する CAL において外来性ウイルスの試験が実施されている場合，同様の試験は当該 WCB では不要である．

5. 製造及びウイルス試験に係わる留意事項

ヒトあるいは動物由来の組織，体液等からウイルス面で安全性が高い生物薬品を製造するには，3.5 で述べたようなウイルスの汚染源に配慮しつつ，原材料となる組織や体液等又は医薬品製造基材からのウイルス汚染の可能性を排除すると共に，製造工程や製品取り扱い中の汚染，製造従事者や製造施設環境からのウイルス等汚染の可能性を極力低減させるため，適切な製造条件及び技術の採用，製造環境の整備等を行う必要がある．

更に，近年のめざましい技術進歩をふまえ，有用なウイルス検査技術やウイルス不活化/除去技術を積極的に導入する必要がある．ウイルス不活化/除去については，原理の異なる二つ以上の工程を採用することが望ましい．また，医薬品と同程度の品質を持つ試薬を用いることによりウイルスの迷入の可能性に対する安全性を高める必要がある．代表的な不活化/除去工程としては，①加熱（例えば，55 ～ 60 ℃，30 分の加熱で肝炎ウイルスのような一部の例外を除き大部分のウイルスが不活化するとされている．血液や尿由来の製品では液状 60 ℃，10 ～ 24 時間処理，乾燥加熱処理の例もある），②有機溶媒・界面活性剤処理（S/D 処理），③膜ろ過（15 ～ 50 nm）処理，④酸性処理，⑤放射線処理（γ 線照射等），⑥カラムクロマトグラフィー処理（例えば，アフィニティークロマトグラフィー，イオン交換クロマトグラフィー），⑦分画処理（例えば有機溶媒分画，硫酸アンモニウム分画処理）⑧抽出処理，等がある．

5.1 精製工程前のウイルス試験

（1） ヒト由来生物薬品

精製工程前のウイルス試験の試験試料として想定されるのは，多くの場合，原材料として得られた個人の体液や組織，又はこれらをプールしたり，抽出物とした医薬品製造基材である．これらのケースでは，既に 4.2（1）項で述べたように，特異性や感度，精度が十分に評価された試験法を用いて少なくとも HBV，HCV 及び HIV の存在を否定しておく必要がある．精製工程前の未精製バルクが医薬品製造基材より下流にある場合でも，医薬品製造基材段階で適切なウイルス試験がなされ，ウイルスの存在が否定されていれば，製造基材段階から生物起源由来の試薬等を用いて調製される特別なケースなどを除いて，精製工程前ウイルス試験を重複して実施する必要は必ずしもないと思われる．

（2） ヒト以外の動物を用いて製造される生物薬品

上記（1）と同様に，精製工程前のウイルス試験の試験試料として想定されるのは，多くの場合，原材料として得られた動物の体液や組織，又はこれらをプールしたり，抽出物とした医

薬品製造基材である．これらのケースでは，生物薬品の製造に用いられる動物に存在することが知られており，ヒトに感染症や疾病をもたらすことが明らかな又はその可能性が高いウイルスについて，既に 4.2（2）項で述べたように存在を否定できる情報を示すか，特異性や感度，精度が十分に評価された血清学的検査あるいは核酸増幅法（NAT）等を用いてその存在を否定しておく必要がある．精製工程前の未精製バルクが医薬品製造基材より下流にある場合の考え方は，（1）の場合と同様である．

（3） ヒト又は動物起源細胞株由来のたん白質性医薬品

この場合は，一般に，医薬品製造基材は細胞バンクであり，細胞培養後ハーベストされた細胞及び培養液の単一又は複数のプールからなる未加工/未精製バルクが精製工程前の試験試料となる．未加工/未精製バルクが必ずしも細胞を含まず培養液からなる場合もある．MCB や WCB レベルでのウイルス試験によるウイルス存在の否定は，培養終了後の未加工/未精製バルクにおけるウイルス存在の否定を必ずしも意味するものではない．また，CAL での試験も通常 1 回行われるのみなので，バリデーションとしての意味合いは大きいが，恒常的なウイルス否定を保証するものではない．培地に血清や生物起源由来の成分が使用されるときには，これらのロット更新という変動要因もあるので，CAL での試験をロット更新ごとに行わない限り未加工/未精製バルクレベルでの恒常的なウイルス否定を保証することはできない．

未加工/未精製バルクとして典型的なサンプルは培養槽から取り出された後，処理を行っていないものである．これは，細胞培養中に迷入した外来性ウイルス汚染の可能性を高確率で検出するのに最も効果的な段階の一つである．ウイルス試験はこの未加工/未精製バルクの段階で適切に実施されるべきである．ただし，ごく一部工程を進めることによってウイルス試験がより高感度に行える場合には，この限りではない（例：未加工/未精製バルクがウイルス試験に用いる培養細胞に毒性を示すが，部分的に処理したバルクにおいては毒性を示さないようなケース）．培養槽から取り出されたそのままの細胞，破砕細胞及び培養上清からなる混合物を処理を施すことなく試験することが適切な場合もある．

未加工/未精製バルクについては，パイロットプラントスケール又は実生産スケールから得た未加工/未精製バルクの少なくとも 3 ロットについてウイルス試験を行うことが最低限の要求として求められる．更に，それ以降の各製造バッチについても何らかの外来性ウイルス試験を実施することを考慮してみることが望まれている．この未加工/未精製バルクにおけるウイルス試験の範囲，程度及び頻度を決定するに当たっては，以下のような諸点を考慮する必要がある．例えば，目的産物を生産するために用いられる細胞株の種類・性質，細胞株の適格性試験のため実施されたウイルス試験の程度と試験結果，培養方法，原材料の起源とウイルスクリアランス試験の結果などである．未加工/未精製バルクにおける試験として一般に用いられているのは，一種又は数種の細胞株を用いる *in vitro* スクリーニング試験である．なお適宜，NAT 試験その他の適切な試験法を用いるとよい．

一般に，外来性ウイルスが検出されたハーベストは，医薬品等を製造するために用いるべきではない．もしこの段階で何らかの外来性ウイルスが検出されたならば，その汚染の原因を突きとめるために製造工程を注意深く点検し，適切な対応をとるべきである．

5.2 中間原料等の受け入れ試験としてのウイルス検査

ヒト又は動物由来の組織，体液等から生物薬品を製造する場合，原材料や医薬品製造基材として部分的に加工された中間原料を他の製造業者より購入し製造に用いる場合もある．この場合，原材料等製造者により既に本参考情報に沿った試験が行われている場合は，これらの中間原料を購入し，生物薬品を製造するメーカーにおいて，受け入れ試験としてどのようなウイルス検査を実施すれば適切かについて検討し，検査の実施の有無，検査する試験の内容を含めてその合理的根拠を明らかにしておく必要がある．

一方，原材料等製造業者により本参考情報に沿った試験が行われていない場合は，本文書に沿い中間原料を直接の医薬品製造基材とみなし，必要なすべてのウイルス否定試験を行う必要がある．

5.3 最終製品におけるウイルス試験

最終製品（又はそれに至る製造段階のいずれかの製品）においてどの程度のウイルス試験を実施すべきかは，原材料や医薬品製造基材の種類，原材料や医薬品製造基材の各種ウイルス検査，製造工程におけるウイルス除去及び不活化工程の評価試験の結果，及び製造工程においてウイルスが迷入する可能性がどの程度あるかなどを勘案して総合的に決定する必要がある．原材料・医薬品製造基材の選択，原材料・医薬品製造基材又は中間原料に対するウイルス試験，製造工程中の適切な段階でのウイルス試験，ウイルスクリアランス試験を的確に実施することなどによりウイルス汚染に対する総合的な安全確保が図られるであろうことは当然期待される．しかし，原材料が例えば不特定多数のヒト由来のものであり，ウインドウ期のウイルスの存在の可能性があり，若しくはウイルス試験に固有の検出上の限界などがあるといった特殊な事情が背景にあった場合で，万一，製造プロセスに何らかの欠陥（例えば，ろ過膜が破損）や人為ミスによる原材料等の取違えなどが生じると，最終製品にウイルスが汚染してくる可能性もある．このような偶発性のウイルス汚染を防ぐために，最終製品において原材料等に存在する可能性があるものでも特に危険度の高いウイルスに着目した核酸増幅法（NAT）による検査等を行うことが推奨される場合もあるかも知れない．

6. ウイルスクリアランスに関する工程評価

6.1 ウイルスクリアランスの工程評価の意義，目的，一般的留意事項

ウイルス不活化や除去に関する工程評価はヒト又は動物由来の組織，体液等に由来する生物薬品の安全性を確立するために重要である．このウイルスクリアランスに関する評価を行なうことは，原材料等に存在する可能性がある，若しくは不測の事態により迷入する可能性があるウイルスを除去できるということの一定限の保証となる．ウイルスクリアランス試験は，綿密な試験のデザインのもと適切な方法により実施し，合理的に評価される必要がある．

ウイルスクリアランス試験の目的は，ウイルスの不活化や除去に有効であると考えられる工程について評価すること，それらの各工程を合わせて全体としてウイルスがどの程度減少した

表 2 各々の動物に感染することが知られている人畜共通感染ウイルス

	ウシ	ブタ	ヒツジ	ヤギ	ウマ
牛痘ウイルス（Cowpox virus）	◎				
偽牛痘ウイルス（Paravaccinia virus）	◎	◎	◎	◎	
マレーバレー脳炎ウイルス（Murray valley encephalitis virus）	◎	◎			
羊跳躍病ウイルス（Loupingill virus）	◎	◎	◎	◎	
ウエッセルズブロンウイルス（Wesselsbron virus）			◎		
口蹄疫病ウイルス（Foot–and–mouse disease virus）	◎	◎			
日本脳炎ウイルス（Japanese encephalitis virus）		◎			
水疱性口内炎ウイルス（Vesicular stomatitis virus）		◎			
ウシ丘疹性口内炎ウイルス（Bovine papular stomatitis virus）	◎				
オルフウイルス（Orf virus）			◎		
ボルナ病ウイルス（Borna disease virus）			◎		◎
狂犬病ウイルス（Rabies virus）	◎	◎	◎	◎	◎
インフルエンザウイルス（Influenza virus）		◎			
E 型肝炎ウイルス（Hepatitis E virus）		◎			
脳心筋炎ウイルス（Encephalomyocarditis virus）	◎	◎			
ロタウイルス（Rotavirus）	◎				
東部ウマ脳炎ウイルス（Eastern equine encephalitis virus）					◎
西部ウマ脳炎ウイルス（Western equine encephalitis virus）					◎
ベネズエラウマ脳炎ウイルス（Venezuelan equine encephalitis virus）					◎
ウマモービリウイルス（Morbillivirus）					◎
ヘンドラウイルス（Hendra virus）					◎
ニパウイルス（Nipah virus）		◎			
伝染性胃腸炎ウイルス（Transmissible gastroenteritis virus）		◎			
ブタ呼吸器コロナウイルス（Porcine respiratory coronavirus）		◎			
ブタ流行性下痢症ウイルス（Porcine epidemic diarrhea virus）		◎			
血球凝集性脳髄膜炎ウイルス（Hemagglutinating encephalomyelitis virus）		◎			
ブタ繁殖呼吸器病症候群ウイルス（Porcine respiratory and reproductive syndrome virus）		◎			
ブタコレラウイルス（Hog cholera virus）		◎			
パラインフルエンザ 3 型ウイルス（Parainfluenza virus Type 3）		◎			
エンテロウイルス 1 型（Talfan/Teschen disease virus）		◎			
レオウイルス（Reovirus）		◎			
内在性レトロウイルス（Endogenous retrovirus）		◎			
ブタアデノウイルス 1–4 型（Porcine adenovirus）		◎			
ブタサーコウイルス（Porcine circovirus）		◎			
ブタパルボウイルス（Porcine parvovirus）		◎			
ブタポックスウイルス（Porcine poxvirus）		◎			
ブタサイトメガロウイルス（Porcine cytomegalovirus）		◎			
仮性狂犬病ウイルス（Pseudorabies virus）		◎			
ロシア春夏脳炎ウイルス（Russian spring–summer encephalitis virus）			◎	◎	
リフトバレー熱ウイルス（Rift Valley fever virus）			◎	◎	
クリミア・コンゴ出血熱ウイルス（Crimean–Congo hemorrhagic fever virus）（ナイロウイルス（Nairovirus））	◎		◎	◎	
トロウイルス（Torovirus）	◎				

表 3 ウイルスクリアランス試験に用いられたことのあるウイルスの例

ウイルス	科	属	宿主	ゲノム	外被	サイズ（nm）	形状	耐性
水疱性口内炎ウイルス（Vesicular Stomatitis Virus）	ラブドウイルス科（Rhabdo）	ベジキュロウイルス属（Vesiculovirus）	ウマ ウシ	RNA	有	70×150	弾丸形	低
パラインフルエンザウイルス（Parainfluenza Virus）	パラミクソウイルス科（Paramyxo）	1 型・3 型 Respirovirus 属 2 型・4 型 Rubulavirus 属	多種	RNA	有	100–200＋	多様な形	低
マウス白血病ウイルス（MuLV）	レトロウイルス科（Retro）	オンコウイルス属タイプ C（Type C oncovirus）	マウス	RNA	有	80–110	球形	低
シンドビスウイルス（Sindbis Virus）	トガウイルス科（Toga）	アルファウイルス属（Alphavirus）	ヒト	RNA	有	60–70	球形	低
ウシ下痢症ウイルス（BVDV）	フラビウイルス科（Flavi）	ペスチウイルス属（Pestivirus）	ウシ	RNA	有	50–70	多様な形	低
仮性狂犬病ウイルス（Pseudorabies Virus）	ヘルペスウイルス科（Herpes）	アルファヘルペス亜科 Varicellovirus 属	ブタ	DNA	有	120–200	球形	中
ポリオウイルス（Poliovirus Sabin Type 1）	ピコルナウイルス科（Picorna）	エンテロウイルス属（Enterovirus）	ヒト	RNA	無	25–30	正 20 面体	中
脳心筋炎ウイルス（Encephalomyocarditis Virus）	ピコルナウイルス科（Picorna）	カルジオウイルス属（Cardiovirus）	マウス	RNA	無	25–30	正 20 面体	中
レオウイルス 3（Reovirus 3）	レオウイルス科（Reo）	オルトレオウイルス属（Orthoreovirus）	多種	RNA	無	60–80	球形	中
シミアンウイルス 40（SV 40）	パポーバウイルス科（Papova）	ポリオーマウイルス属（Polyomavirus）	サル	DNA	無	40–50	正 20 面体	高
パルボウイルス（ウシ，ブタ）（Parvovirus：canine，porcine）	パルボウイルス科（Parvo）	パルボウイルス属（Parvovirus）	イヌ ブタ	DNA	無	18–24	正 20 面体	高

かを定量的に評価することにある．この目的を達成するには，製造・精製工程における様々な段階にしかるべき量のウイルスを意図的に添加し，以降のそれぞれの工程を経る間に添加されたウイルスがどの程度除去又は不活化されるかを示す必要がある．その際，必ずしも製造工程のすべての工程について評価する必要はなく，十分なクリアランスが示されるいくつかの工程について試験し，評価することでよい．しかし，評価対象以外のステップがウイルスの不活化/除去に関する結果に間接的に影響を与える可能性についても留意しておくべきである．なお，ウイルスクリアランス試験に用いたアプローチについて説明し，その妥当性を明らかにできるようにしておく必要がある．

ウイルス量（感染性）は，ウイルス粒子の除去又はウイルス感染性の不活化により減少する．ウイルスクリアランスに関して評価の対象とした各製造工程については，ウイルス量の減少のメカニズムが不活化によるのか除去によるのかに関して推定しておく必要がある．不活化を評価しようとする工程における試験に際しては，検体を時間を変えてサンプリングし，不活化曲線が描けるように計画するべきである．

6.2 ウイルスの選択

ウイルスクリアランス試験に使用されるモデルウイルスとしては，広範囲にウイルス除去/不活化の情報を得るという観点から，DNA ウイルス及び RNA ウイルス，エンベロープの有無や粒子径の大小において差異があるもの，及びウイルスクリアランス能力を試験する目的に叶う物理的・化学的処理に対する抵抗性が高いものなどを含む広範な特性を持つウイルス類を選択することが望ましい．これらの特性を網羅するには 3 種類程度のモデルウイルスを組み合わせることが必要になる．

モデルウイルスを選択する際，原料に存在している可能性のあるウイルスに類似している，若しくは同じ特性を持っているなどの理由でウイルスを選択する場合もある．この際，2 種類以上のウイルスが候補として選択可能な場合には，原則としてウイルス除去及び不活化処理に対して，より抵抗性の強いウイルスを選択する．また，高力価の材料が調製できるウイルスが望ましい（ただし，これがいつも可能であるとはいえない）．更に，使用するそれぞれのウイルスの検出法に関しては，試験対象の各製造工程段階における試料の状態などによって検出感度が影響される可能性もあるので，それぞれの段階において効果的で信頼性の高いアッセイができるようなウイルスを選択する必要がある．なお，ウイルスの選択に当たっては，クリアランス試験従事者に健康被害をもたらす可能性も考慮するべきである．

その他ウイルスの選択に際しての留意事項は，医薬審第 329 号通知を適宜参考にするとよい．また，ウイルスクリアランス試験に用いられるウイルスの例を表 3 に示した．これは医薬審第 329 号通知から引用したものである．ただし，医薬審第 329 号通知はヒト又は動物細胞株由来の製品のウイルス安全性を対象としているので，生物薬品の起源・原料によっては，より適切なモデルウイルスを選択する必要があると思われる．

6.3 ウイルスクリアランス試験の設計

ウイルスクリアランス試験は，目標とする特定の製造工程段階で意図的にウイルスを添加し，当該製造工程のウイルス除去や不活化能力を定量的に評価するものである．

ウイルスクリアランス試験の計画を立案する際，検討することが望ましい留意点を以下に示す．

（1） 高力価の材料が調製できるウイルスを選択することが望ましいが，その場合には凝集を避けるよう注意を払うべきである．凝集が起これば，物理的除去が過大に評価されたり，不活化が過小に評価され，実際の製造での状況を反映しなくなる可能性が生じる．

（2） 使用するそれぞれのウイルスの検出法は，ウイルスクリアランス指数の算定に大きく影響するので，可能な限り検出感度の高い方法を用い，事前に，用いる方法の検出感度を把握しておく必要がある．それぞれの製造工程段階において十分な感度と再現性を有し，有用で信頼性の高い結果が得られるアッセイ法である必要がある．結果に関して統計的に適切で妥当な処理が行えるよう，十分な測定サンプル数で実施する必要がある．感染性試験を行う際には，感度保証のために適切なウイルスコントロールを含むべきである．感染性を指標としない定量試験もその妥当性を明らかにした上で使用してもよい．また，低濃度のウイルス試料（例えばウイルス粒子数が 1 L 当たり 1–1000）を取り扱う場合，ウイルス試料のサンプリングの仕方によって生じる統計学上の問題を考慮に入れるべきである

（3） ウイルスクリアランス試験は，製造業者が当該生物薬品の製造工程の規模を縮小した試験系で実施する．GMP 上，製造に用いないウイルスを製造施設に持ち込むことはできないので，ウイルスクリアランス試験は，製造設備とは別のウイルス試験設備で行わなければならない．このためウイルスクリアランス試験は，ウイルス学的研究を行う設備のある隔離された別の施設で，ウイルスの専門家と精製工程のスケールダウンを設計し，準備に関与した製造技術者が協同で行う必要がある．その際のウイルスクリアランス試験は GLP の基本理念に基づき実施しなければならない．

（4） この製造規模の縮小版で行うウイルスクリアランス試験における工程の各要素は，実生産規模での製造工程のそれを可能な限り反映したものとし，その妥当性を明らかにする必要がある．クロマトグラフィー装置については，カラムベッド高，線流速，ベッド容量に対する流速の比率（すなわち接触時間），緩衝液，カラム充てん剤の種類，pH，温度，たん白濃度，塩濃度，目的物質濃度に関して，すべて実生産スケールの製造に相応している必要がある．また，溶出のプロフィールも同様のものが得られなければならない．同様な考え方をその他の工程についても適用すること．やむを得ない事情により実際の製造工程を反映させることができない場合には，それが結果へどのような影響を及ぼすかを考察しておくべきである．

（5） 製造工程のうち，ウイルス不活化/除去に関して原理が異なると考えられる二つ以上の工程を選択し，検討することが望ましい．

（6） ウイルスを不活化/除去することが予想される工程について，そのクリアランス能力を個々に評価し，それぞれが不活化工程なのか，除去工程なのか，又は不活化/除去いずれにも関与するのか慎重に検討し，試験を計画すべきである．一般にウイルスクリアランス試験では，試験対象となる各段階ごとにウイルスを添加し，当該工程を経た後の感染性の減少度を評価するが，ある工程段階に高力価のウイルスを添加し，工程間のウイルス濃度を試験することで十分である場合もある．ウイルス除去が分離・分画操作による場合，可能な範囲で，ウイルスがどのように分離・分画されたのか（マスバランス）を検討することが望ましい．

（7） ウイルスの不活化を評価するためには，試験対象とする工程前の試料に感染性のウイルスをスパイクし，工程を経る間における減少度を計算すべきである．その際，ウイルスの不活化は単純な一次反応でなく，通常，速い“第一相”と遅い“第二相”から構成される複雑な反応であることに留意すべきである．したがって試験に際しては，時間を変えて検体をサンプリングし，不活化曲線が描けるように計画すべきである．不活化試験においては，最短曝露時間でのポイントに加えて，曝露ゼロ時より長く，かつ最短曝露時間よりも短い時間でのポイントを少なくとも 1 点はとることが望ましい．少なくとも 2 回の独立した試験を実施して不活化において再現性があることを示す必要がある．ヒトへの病原性が知られているウイルスが迷入する可能性がある場合には，その不活化に効果的な工程をクリアランス試験に組み込むよう計画し，可能な範囲で当該ウイルス（若しくは同種又は密接に関連しているウイルス）を試験対象として更に詳しいデータ（より多数のポイント）をとることが，特に重要である．ウイルス負荷量は，スパイクした出発物質中のウイルス量の実測値に基づいて定めるべきであるが，実際上これが困難な場合には，スパイクに用いたウイルス溶液の力価からウイルス負荷量を算出することになる．試験対象の工程条件下では不活化があまりにも速く，不活化曲線を作成することができない場合，不活化により事実上感染性が失われていることを適切な試験系により示す必要がある．

（8） 工程前の試料中にウイルスに対する抗体が存在する場合には，ウイルス除去及び不活化工程におけるウイルスの挙動に影響を及ぼす可能性があるので，このことを考慮に入れた上でクリアランス試験を実施する必要がある．

（9） 工程前の試料中に添加するウイルス量は，その製造工程のウイルス除去及び不活化能力を評価するのに十分な量とする．ただし，添加するウイルスが製品の特性を変えたり希釈による製品中のたん白質の挙動を変えたりすることがないよう，工程前の試料の容量に対してできるだけ少量とするのが望ましい．

（10） 被験試料中のウイルスは，可能な限り超遠心分離，透析，保存などの操作を行わずに定量することが望ましい．しかし，阻害物質や毒性物質の除去のための操作，又はすべての試料を同時に定量するために一定期間保存することなど，定量前に何らかの処理をすることが避けられない場合もある．希釈，濃縮，ろ過，透析，保存など，測定試料調製のための操作を伴う場合は，それによるウイルス感染性における変化を評価するために，同様な調製手順を経るコントロール試験を並行して行う必要がある．

（11） 緩衝液又は製品（に含まれる目的たん白質やその他の成分）が指示細胞に望ましくない影響を及ぼす可能性がある．したがって，これらのウイルス力価測定法に対する毒性作用又は干渉作用をそれぞれ個別に評価して，測定に支障のないような対策を講ずるべきである．仮に，緩衝液がウイルス試験に用いる指示細胞に対して毒性を有する場合は，希釈，pH の調整，又はスパイクウイルスを含む緩衝液の透析等を試みるとよい．製品（目的たん白質等）が抗ウイルス活性を持っている場合，クリアランス試験を疑似工程（mock run），すなわち目的たん白質等そのものは含まない条件下でのクリアランス試験を実施する必要がある．しかし，製造工程によっては，目的たん白質等を除くことや抗ウイルス活性を持たない類似たん白質で代替することがウイルスの挙動に影響することもあり得る．

（12） 同様な緩衝液又はカラムを複数の精製工程で繰り返し使用するケースでは，データを解析する際に，この繰り返し使用の影響を考慮すべきである．ウイルス除去の効果は，その方法が製造工程のどの段階で使用されるかにより変化する可能性があることに留意する必要がある．

（13） 非常に強い殺ウイルス性を有している製造条件を用いている場合又は緩衝液などが指示細胞に対し非常に強い毒性や殺ウイルス性を有している場合には，総ウイルスクリアランス指数は過小評価される可能性があるので，ケース・バイ・ケースの考え方に立脚して考えるべきである．逆に総ウイルスクリアランス指数は，ウイルスクリアランス試験に固有の限界ないしは不適切な試験計画のために過大評価される場合もあることに留意する必要がある．

（14） ある特定のウイルス除去/不活化工程のクリアランス能はウイルスの種類によって異なることを考慮する必要がある．ウイルス除去/不活化工程のうち，特異的な作用原理・機構によりウイルスクリアランスを発揮する工程は，その作用機構に当てはまるウイルス類に対しては極めて有効であるが，それ以外のウイルスに対しては有効でない可能性がある．例えば，S/D（有機溶媒/界面活性剤）処理は，一般に脂質膜を有するウイルスに対しては有効であるが，脂質膜を有しないウイルスに対しては有効でない．また，ウイルスによっては通常の加熱工程（55 ～ 60 ℃，30 分）にも抵抗性を示すものもある．このようなウイルスに対してクリアランスを期待する場合は，条件を更に強くするか，作用原理・機構が異なる工程の導入を考慮する必要がある．S/D（有機溶媒/界面活性剤）処理や加熱処理とは原理が異なるウイルス除去膜処理工程は，膜の特性上，これを通過できないサイズを持つ広範囲のウイルスに対して有効である．一方，目的たん白質を特異的に吸着させるアフィニティークロマトグラフィー工程は，目的たん白質以外のウイルス等を徹底して洗い流すことも可能なので，ウイルス除去に一般に有効である．イオン交換クロマトグラフィーやエタノール分画処理工程等においては，製品中の目的たん白質と各種ウイルス類との分離・分画状況は様々な様相を呈するが，これらの工程が他の処理工程で十分に不活化・除去できないウイルスのクリアランスに有効であるケースも少なくない．

（15） ウイルスクリアランスは，例えば，不活化工程が 2 段階以上ある場合，相互補完的分離工程が複数ある場合，又は不活化及び分離工程が複数組み合わされたような場合に効果的に達成される．分離工程においては，個々のウイルスの物理的・化学的特性がゲル・マトリクスとの相互作用や沈降特性に大きく影響し，ウイルスごとに分離状況に違いが生じる可能性がある．しかし，こうした変動要因にも係わらず，相互補完的分離工程の組合せや，又は不活化工程と分離工程との組合せにより，効果的なクリアランスが達成される．また，クロマトグラフィー工程，ろ過工程及び抽出工程等のような分離工程で，目的ウイルスとモデルウイルスの分離に影響する項目などをふまえて十分に吟味してデザインしたものは，適切にコントロールされた条件下で操作を行った場合，効果的なウイルス除去工程となり得る．

（16） ウイルスクリアランス工程として有効であることを示すために，少なくとも 2 回以上の独立した試験により添加ウイルス量の低減に再現性があることを立証できるよう試験計画を立てる必要がある．

（17） クロマトグラフィー用カラムなどのウイルスを除去する能力が，繰り返し使用した後又は経時的に低下する可能性がある．カラム等の繰り返し使用ができるかどうかはカラムを数回使用した後にウイルスクリアランスに関する性能を示す指標を測定することにより評価できる．

（18） その他，生物薬品のウイルスクリアランス試験の設計に関しては医薬審第 329 号通知を適宜参考にすること．

6.4 ウイルスクリアランス試験結果の解釈

6.4.1 ウイルスクリアランス指数の評価

ウイルスクリアランス指数は，製造工程においてクリアランス試験の対象とした各製造段階を経る間のウイルス量（ウイルス感染性：力価）の減少度を対数で表したものである．製造工程全体における総ウイルスクリアランス指数は，これら各製造段階でのウイルスクリアランス指数のうち適切に評価できるものを加算することにより得られる．

得られた各ウイルスクリアランス指数及び総ウイルスクリアランス指数が受入れ可能かどうかについて，原材料及び製造過程に混入（迷入）する可能性が現実的に考えられるすべてのウイルスを念頭において評価し，その妥当性を示すべきである．

齧歯類の細胞基材由来のバイオ医薬品のケースのように医薬品製造基材等に何らかのウイルス粒子の存在が認められる場合，当該ウイルスが排除又は不活化されたということのみでなく，ウイルスクリアランスに関して，必要な程度を上回る能力が精製工程に組み込まれていて，最終製品の安全性が適切なレベルに確保されていることを示すことが重要である．製造工程により除去され，又は不活化されたウイルスの量は，医薬品製造基材等に存在が推定されるウイルス量と比較されるべきである．比較をする上で，原材料・医薬品製造基材等中のウイルス量を測定することが重要である．この測定値は，感染性の測定又はその他の方法，例えば電子顕微鏡（TEM）により，得られるべきである．精製工程全体をとおして評価した場合，1 回の臨床投与量に相当する原材料・医薬品製造基材等中に存在すると推定されるウイルス量よりはるかに上回るウイルス量を排除することができなければならない．しかし，医薬品製造基材等にウイルスの存在が推定されるというケースは，齧歯類の細胞基材由来のバイオ医薬品を除いては極めてまれであろう．当該医薬品が他の製法では得られず，臨床上も不可欠であり，存在するウイルス粒子に関する感染性を含む情報が明らかであるなどの特別な場合を除いて，そのような原材料・医薬品製造基材等は，原則として医薬品生産には使用できない．

通常は，生物薬品の製造基材には，何らかの試験・検査によりウイルスの存在は否定されている．そのような場合，可能性が現実的に考えられる特定のウイルスをモデルとすることもありうるが，一般的には，6.2 項で述べたように，広範囲なウイルスに関する工程のクリアランス能を示すことができる適切なモデルウイルス類の組合せを選択し，クリアランス試験をすることになる．このような場合には，ウイルスクリアランスに関する一般的な数値目標は特に設定できない．工程のウイルスクリアランス指数の妥当性は，医薬品製造基材等のウイルス汚染の現実的可能性をめぐる各種の情報やウイルス否定試験の検出感度，その他文献的事例などを勘案しながら考察することになる．

6.4.2 ウイルスクリアランス指数の計算法

ウイルス除去及び不活化工程のウイルスクリアランス指数

R は，次式で示される．

$$R = \log\left[(V_1 \times T_1)/(V_2 \times T_2)\right]$$

ここで，R＝対数で表される減少度であり，V_1＝工程処理前の試料の容量，T_1＝工程処理前のウイルス量（力価），V_2＝工程処理後の試料の容量，T_2＝工程処理後の試料のウイルス量（力価）である．

ウイルスクリアランス指数を算出する場合には可能な限り，試料に添加したウイルス力価でなく，添加後の工程処理前の試料中に検出されるウイルス力価に基づき算出する．これが不可能な場合，スパイクに用いられるウイルス溶液の力価からウイルス負荷量を算出することになる．

6.4.3 結果の解釈及び評価上留意すべき事項

ウイルス不活化/除去工程の有効性に関するデータを解釈，評価する際には，①試験に使用されたウイルスの適切さ，②クリアランス試験のデザイン，③対数で表されるウイルス減少度，④不活化の時間依存性，⑤工程のウイルス不活化/除去に影響する要素・項目，⑥ウイルスアッセイ法の感度，⑦ある不活化/除去工程が特定種類のウイルスに特に有効である可能性など，様々な要因を組み合わせて考察する必要がある．更に補足的事項を以下に示した．

これら様々な要因が結果に影響することをふまえて，適正な解釈，評価に導くようにする必要がある．

（1） 試験に使用したウイルスの挙動

ウイルスクリアランス試験の結果を解釈するに当たって，クリアランスの機構は試験に使用したウイルスの種類によって異なる可能性があることを認識しておく必要がある．また，使用されるウイルスは，通常組織培養で製造されるが，製造工程中において，組織培養ウイルスの挙動は自然界に存在するウイルスの挙動とは異なっている可能性がある．例えば，自然界に存在するウイルスと培養ウイルスとでは純度や凝集の程度が異なっている場合がある．また，分離工程の特性によっては，糖鎖付加のようなウイルスの表面特性の変化が，分離状況に影響する可能性がある．これらの点を念頭におき，結果を解釈する必要がある場合も考えられる．

（2） 試験の設計

製造工程の変動要因，規模縮小における変動要因などを考慮に入れてウイルスクリアランス試験は設定されているはずであるが，実生産スケールそのものではないのでやむを得ず差異が生じている可能性もある．データの解釈上，こうした差異を考慮したり，試験に限界があることに留意する必要がある場合も考えられる．

（3） ウイルス減少度データの取捨選択

総ウイルスクリアランス指数は，対数で表された各製造段階での減少度を加算することによって算出される．しかし，複数の工程，特にほとんど減少を伴わない工程（例えば 1 $\log_{10}$ 以下の工程）の減少率を加算すると，工程全体を通してのウイルス除去/不活化能力を過大評価してしまう可能性がある．したがって，1 $\log_{10}$ 以下のウイルス力価における除去/不活化は正当な理由がない限り通常計算に入れるべきではない．なお，同一又は近似した方法を繰り返して達成されたウイルスクリアランス指数は，合理的な理由がない限り加算するべきではない．

（4） 不活化の時間依存性

ウイルス感染性の不活化は，急速な初期相とそれに続く遅い相からなる 2 相性の曲線を示すことも多い．そのような不活化工程で不活化を免れたウイルスは次の不活化工程で抵抗力がより強くなる可能性がある．例えば，不活化を免れたウイルス（抵抗性画分）が凝集形態をとった場合，各種化学処理や熱処理に対しても抵抗性を示す可能性がある．

（5） 対数で表されるウイルス減少度の評価

ウイルス力価の減少度を対数で表してウイルスクリアランス指数とするため，残存感染性ウイルス量が著しく低減することは示せるが，力価は決してゼロにはならないという限界がある．例えば，mL 当たり 8 $\log_{10}$ 感染単位を含む標品から 8 $\log_{10}$ のファクターで感染性の低減があっても，試験の検出限界をも考慮すれば，mL 当たりゼロ $\log_{10}$ すなわち 1 感染単位を残していることになる．

（6） 製造工程の変動因子

スパイクされた試料と緩衝液やカラムとの接触時間等の製造工程の変動因子のわずかな変動に対しウイルスの除去及び不活化効果が影響を受けやすい場合も考えられる．このような場合には，これらの因子の変動が当該製造工程のウイルス不活化効果に対していかに影響していたかを考慮する必要があるかも知れない．

（7） 抗ウイルス抗体の存在

試料中に試験に用いるウイルスに対する抗体が存在すると，ウイルスの分配や不活化処理に対する感受性に影響を与える可能性がある．ウイルスの感染性を中和するのみでなく，試験結果の解釈を複雑化する．したがって，試料中のウイルスに対する抗体の存在は一つの重要な変動要素であると考えられる．

（8） 不活化/除去工程の新規導入

ウイルスクリアランスが製品の安全性確保にとって重要な因子と考えられるにもかかわらず，製造工程による感染性に関するクリアランスの達成度が不十分である場合には，目的に特に叶うと考えられる不活化/除去機構を特徴とする工程を新規に導入したり，既存の工程と相互補完できるような不活化/除去工程を追加導入すべきである．

（9） ウイルスクリアランス試験の限界

ウイルスクリアランス試験は，最終製品がウイルス安全面からみて受け入れられるレベルに達しているという確証を得るのに寄与はするが，それそのものが安全性を保証する訳ではない．また，上述のようなウイルスクリアランス試験のデザインや実施に係わる様々な要因や結果の解釈如何が製造工程のウイルス感染性除去能力について必ずしも適正ではない評価に導く可能性もあることに留意する必要がある．

7. 統計

ウイルスクリアランス試験における結果の評価に当たってはデータを統計学的手法を用いて解析する必要がある．また，得られた結論が支持されるためには，試験結果が統計学的に妥当性が検証されたものである必要がある．

7.1 ウイルス力価測定における統計学とその留意点

ウイルスの力価測定は他の生物活性の測定と同様，ばらつきが大きい．ウイルスクリアランス試験を信頼性のあるものとするため，ウイルス力価測定の正確さとその測定値から得られるクリアランス指数の正確さ並びに試験方法の妥当性を評価する必要がある．統計学的評価の目的は実施したウイルスクリアランス試験がウイルス学的に適切な水準で実施されていることを裏付けることである．

1．ウイルス力価測定法には半定量法（quantal method）と定量法（quantitative method）があるが，半定量法，定量法共に，統計学的評価の対象となる．

2．試験の変動は，希釈誤差，統計的な要因，及び測定法に固有で不可避的なばらつきにより生じる．通常，独立して実施した試験間のばらつき（試験間変動）は，一試験内で得られた結果のばらつき（試験内変動）より大きい．

3．試験内変動の 95 % 信頼限界を求めるとき，通常，平均値 ±0.5 log のレベルに収まるようにするべきである．試験内変動は一般的な方法で計算する．試験間変動は試験にウイルス標準品を用いることでモニターできるが，この際のウイルス標準品の力価の実測値は，別途当該試験法を用いて研究室で測定，確立しておいた試験結果の平均値のおよそ 0.5 log 以内であるべきである．より低い精度の試験を採用するにはそれなりの妥当な理由が必要である．

7.2　ウイルスクリアランス試験の再現性，信頼限界

ウイルス不活化/除去工程として有効であることを示すためには，少なくとも 2 回以上の独立した試験により添加ウイルス量の低減に再現性があることを立証する必要がある．

一方，クリアランス試験におけるクリアランス指数の 95 % 信頼限界は，可能な範囲で算出することが望ましい．処理工程前の材料中のウイルス測定値の 95 % 信頼限界が ±s で，工程処理後のウイルス測定値の 95 % 信頼限界が ±a の場合，ウイルスクリアランス指数の95 % 信頼限界は $\pm\sqrt{(s^2 + a^2)}$ である．

8．ウイルスクリアランスの再評価が必要な場合

生産工程あるいは精製工程を変更する場合には，その変更がウイルスクリアランス能力に関して，直接又は間接に影響しないかを考え，必要に応じて変更した工程を含む全体のウイルスクリアランス能力を再度検証する必要がある．精製工程を変更するとウイルスクリアランスの程度が変わる可能性がある．

9．ウイルスクリアランス試験に係わる測定法

9.1　ウイルス感染価の測定法

ウイルス感染価の測定法には，半定量法と定量法がある．半定量法は動物を用いた感染性試験や，CCID 法（Cultured cell infectious dose：培養細胞感染性価）で，動物や培養細胞の感染の有無をスコアする方法である．感染価は，感染した動物や培養細胞の割合で決められる．定量法においては，ウイルス量と測定される感染性は直線的な関係にある．定量法としてはプラーク法などがある．プラーク法では 1 プラークが 1 感染単位に相当する．測定法は，十分な感度と再現性を持つべきであり，コントロールを用いて統計学的に分析可能な結果が得られるようにする．半定量法，定量法共に，統計学的評価の対象となる．

9.2　核酸増幅法（NAT）による検査

核酸増幅法（NAT）による検査は，各々のウイルスに対する血清学的検査が陰性であるときでも個別の検体やプールされた原材料・医薬品製造基材又は製品中のウイルスゲノムを高感度で検出できる方法である．培養系で測定できない HBV や HCV 遺伝子などの検出にも応用できる．また，HBV，HCV 及び HIV に関してはウインドウ期の大幅な短縮が可能になり，ウイルス安全性評価手段として寄与することが期待されている．しかし，用いるプライマーの選択によっては検出しようとする目的ウイルスのすべてのサブタイプを検出できないこともある．したがって，NAT の採用に当たっては，可能な限りの様々なサブタイプに対して検出可能かどうかをあらかじめ検討しておく必要がある．

NAT は，ウイルスクリアランス工程評価においてウイルス除去工程の有効な評価法となりうるが，ウイルス不活化工程では，不活化されたウイルスが依然として核酸陽性の結果を示すことがあるために，ウイルス不活化の程度が過小評価される可能性がある．また，NAT を導入する場合には，検出感度の妥当性，ランコントロールとして用いる標準品の選定，プライマー等用いる試薬の品質の保証・維持及び陽性又は陰性の結果の解釈において十分な注意を払わなければならない．

10．記録と保存

ウイルス試験及びウイルスクリアランス試験に係わる項目についてはすべて文書化し，保存しなければならない．

11．その他

ウイルス試験及びウイルスクリアランス試験について医薬審第 329 号が適切に適用できる場合にはこれを参考にすること．

おわりに

はじめに述べたように，日局収載医薬品の品質・安全性等の確保は，科学の進歩，経験の蓄積を反映してその時代における最も先端的な方法，考え方でなされる必要がある．

日局生物薬品のウイルス安全性を確保するための基本要件を本参考情報に示したが，ここで述べられたことは新医薬品開発を行おうとする際の安全性確保策とほぼ同レベルの方策である．これは，新薬，既承認医薬品いずれもウイルス安全面では同等の関心を払うべきとの考えに基づいている．また，その時代における最も先端的な方法，考え方で日局収載医薬品の品質・安全性等の確保を図るべきとの考え方にも基づいている．更に，考えうるあらゆるケースを考慮しながら，すべての生物薬品に対して適用できるよう，網羅的に記述されている．したがって，長年にわたり医薬品として安全に用いられてきたある個別の生物薬品の側からみれば，改めて，本参考情報にすべて沿って，新薬に対すると同様のレベルのウイルス試験や工程のウイルスクリアランス試験を実施するのは必ずしも合理的ではない，というケースもあるかも知れない．個々の生物薬品については，その起源，由来，種類，製造方法，特性，臨床上の用法，過去の実績等を勘案しながら，ケース・バイ・ケースの原則で最も合理的に対処していく必要があると考えられる．

19．日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源としての動物に求められる要件

はじめに

日本薬局方の通則等に，「医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは，別に規定する場合を除き，当該動物は，原則として，健康なものでなければならない」旨の規定を追加することが平成 14 年 3 月 29 日付官報で告示された．

同日付，医薬発第 0329001 号通知では，「ここでいう健康なものとは，各医薬品の適切な使用方法において，ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さない動物をいうものであり，現時点においては，例えば，経口・外用医薬品等について，動物由来成分の原料となる動物が食用基準をみたしていることが確

認できることをいうこと，なお，この健康なものの基準は人獣共通感染症等に関する新たな知見等を踏まえ，適宜見直されるべきものであること」と記載されている．

本参考情報では，医薬発第 0329001 号通知の趣旨をふまえ，動物に由来するものを原料として製造される医薬品における感染性面での安全性確保について述べる．

1．基本的考え方

ヒトを含む動物に由来するものを原料として製造される医薬品を使用する上で，当該医薬品にウイルス等感染性物質が混入し，それがヒトに感染して感染症を発症若しくは何らかの身体的異常を生じさせる可能性があることに関する配慮が必要になる．この際，医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物や医薬品原料にウイルス等感染性物質が存在しているかどうかがまず重要な留意点であることはいうまでもない．更に重要な点は，それをもとに製造した医薬品にウイルス等感染性物質が存在し，ヒトに投与した場合に，ヒトに感染する可能性があるかどうかということである．医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物が，「各医薬品の使用方法において，ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さないもの」として求められている要件は，「医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物の適格性に関する評価，適切な医薬品製造過程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守という全体方策をとおして，ヒトに感染症を引き起こすことはないもの」である．

2．医薬品原料起源としてのヒトを含む動物について

ヒトを含む動物由来の医薬品によるヒトへの感染を防止するには，使用する原料にウイルス等感染性物質が存在していないことを保証すること，すなわち，「ヒトに病原性がある感染性物質に汚染されていないことが証明されたという意味での健康な動物由来の原料を使用するか，動物由来の原材料に適切な処理を施した後，ヒトに病原性がある感染性物質に汚染されていないことを立証したものを医薬品製造原料として使用すること」がもっとも明快で適切な対応である．

ヒト由来製品の原材料としては，細胞・組織，血液，胎盤，尿などが用いられている．これらの原材料の起源となるドナーについて，個人ごとに問診や検査を行うべき場合や行うことができる場合には，ウイルス等安全性面での適格性をこの段階で試験すべきである．

例えば，平成 12 年 12 月に厚生省医薬安全局より公表された「細胞・組織利用医薬品等の取扱い及び使用に関する基本的考え方（医薬発第 1314 号　平成 12 年 12 月 26 日，別添 1)」及び「ヒト由来細胞・組織加工医薬品等の品質及び安全性の確保に関する指針（医薬発第 1314 号　平成 12 年 12 月 26 日，別添 2)」では，ドナー（ヒト）より提供される細胞・組織が感染性物質に関する十分な不活化・除去工程を経ることなく患者に投与されるところから，ドナーについて，病歴，健康状態，採取細胞・組織を介して感染する可能性がある各種感染症に関する検査項目等を考慮して，選択基準，適格性基準を定め，その妥当性を明らかにすることを求めている．特に B 型肝炎（HBV），C 型肝炎（HCV），ヒト免疫不全ウイルス（HIV）感染症，成人 T 細胞白血病，パルボウイルス B 19 感染症については，問診及び検査（血清学的試験や核酸増幅法等）により否定することが求められている．また，サイトメガロウイルス感染及び EB ウイルス感染については必要に応じて検査により否定することとされている．その他，「梅毒トレポネーマ，クラミジア，淋菌，結核菌等の細菌による感染症」，「敗血症及びその疑い」，「悪性腫瘍」，「重篤な代謝，内分泌疾患」，「膠原病，血液疾患」，「肝疾患」，「痴呆症（伝達性海綿状脳症及びその疑いのあるもの)」については既往歴，問診等の診断を行うと共に，輸血，移植医療を受けた経験の有無等からドナーとしての適格性を判断することも求められている．検査項目及び検査方法については，その時点で最も適切とされる方法を採用することとするが，感染症等に関する新たな知見及び学問・技術の進歩に鑑み，随時見直しを行う必要があるとされている．また，ドナースクリーニングに当たっては，検査項目，検査方法等により，ウインドウ期（感染初期に細菌，真菌，ウイルス等又は細菌，真菌，ウイルス等に対する抗体が検出できない期間）を勘案し，可能な限り適切な時期に再検査を実施することとされている．

国内献血由来血漿分画製剤にあっては，献血者について問診，自己申告によりチェックし，献血血液段階で血清学的検査，HBV，HCV，HIV を対象としたミニプール核酸増幅試験（NAT）を実施している．また，分画用原料血漿は最低 4 箇月間貯留保管し，採血後情報/輸血後情報を反映する措置を講ずることによりヒトに何らかの感染症を引き起こす可能性のある原料の使用を排除しようとしている．

一方，尿由来製品などのように多数の不特定者から採取され，一定の処理が施された後原料とされるような場合，各個人ごとにウイルス等の検査をすることは，現実的ではなくまた合理的でもない．この場合プールした原料についてウイルス試験等，適切な試験を行い確認するべきである．

ヒト以外の動物の場合，野生の動物は避け，適切な微生物汚染防止対策や汚染監視システムを含む衛生管理の行き届いた環境条件下で飼育された動物個体を使用するべきである．可能な限り適切に規定された特定病原体感染防止条件（SPF：specific pathogen-free）に適合したコロニー由来の動物を使用することが望ましい．また，食肉基準がある動物についてはこれを満たした動物個体を使用すべきである．必要に応じて適切な試験により病原体等の感染がないことを確認する必要がある．

伝達性海綿状脳症（Transmissible Spongiform Encephalopathies：TSEs）の病原体とされているプリオンによる伝播や汚染を極力回避するための具体的手段は，①ヒツジやヤギにおけるスクレイピー，ウシにおける BSE，シカの Chronic Wasting Disease（CWD），ヒトにおける新型 CJD などの TSEs 発生地域（国）やリスクの高い地域（国）の動物，長期（6 箇月以上）滞在者由来の医薬品原料や関連物質の使用を避けること，②スクレイピー，BSE，CJD 等を発症している個体由来の物質の使用を避けること，③リスクの高い器官，臓器，細胞等に由来する物質の使用を避けること，④TSEs の発生状況，プリオンに関する疫学的調査結果，研究成果若しくは原料採取後のドナーの遅発性感染症の発症状況等に関する情報を収集して的確に対応することなどである．

3．医薬品原料となるヒトや動物由来の細胞について

ヒトや動物由来の細胞基材を使用して，医薬品を製造することが行われているが，この場合，細胞基材の起源たるヒトや動物が健康なものであることが望ましいことはいうまでもない．しかし，一般には，細胞基材由来医薬品のウイルス安全性等の評価は，事実上の医薬品製造原料である細胞レベルで行われることが合理的であるとされている．この場合，可能な限り，細

胞バンクを作製して，徹底的なウイルス等に関する試験と解析を実施することにより安全性を確認する必要がある．この際の試験項目や試験方法については，ICH 国際合意文書を受けた国内版通知「ヒト又は動物細胞を用いて製造されるバイオテクノロジー応用医薬品のウイルス安全性評価」（平成 12 年 2 月 22 日付 医薬審第 329 号 厚生省医薬安全局審査管理課長通知）に詳細に記載されており，これに従うべきである．ところで細胞レベルでの試験の結果，ウイルスが仮に検出された場合，その細胞をどのように取り扱うかが問題である．この問題の取扱いについては，同通知に次のように記載されている．「医薬品の製造に用いる細胞株には，内在性のレトロウイルス，その他のウイルス又はウイルス由来の塩基配列を含むことが知られているものがある．そのような場合に製造業者が行うべき対応策が同通知の第Ⅴ章（ウイルスクリアランス試験と精製バルクにおけるウイルス試験の意義，考え方及び実施要領）に記載されている．内在性のレトロウイルス以外のウイルスが存在する細胞株の使用の可否は，ケース・バイ・ケースで規制当局が考慮することになるが，その際，製品のベネフィットや予定される臨床上の用途，混入するウイルスの種類・性質，ヒトへの感染性又は病原性，製品の精製工程（ウイルスクリアランスに関する評価データ等），及び精製バルクにおいてどの程度のウイルス試験を実施したかなどに基づくリスク/ベネフィットのバランスを勘案し，判断することになる」．例えば，最もよく用いられるげっ歯類細胞には，内在性のレトロウイルス様の A 粒子，R 粒子，C 粒子などの存在が知られている．しかしそれはヒトに感染することはなく，危険性がないことが知られており，CHO 細胞などは医薬品生産に汎用されている．また，担ガン患者からの株化細胞（例：NAMALWA 細胞，BALL-1 細胞等）を用いて製造を行う場合もあるが，この場合も徹底的なウイルス等の試験を行うことによりその安全性が確認されている．ウイルス安全性面からみた場合，徹底的なウイルス検査が困難な初代培養細胞よりこのような株化細胞の方が安全性が高いといえる．

4．適切な医薬品製造工程の設定と管理及び最終製品の用法用量の遵守が安全性確保に果たす役割

医薬品原料となる動物レベルのみにおいて感染性等に関して安全性を保証するには自ずと限界がある．また，「動物の健康」とは一義的に定められるものではなく，様々な要件によって異なる．本課題の最終目標は，医薬品がヒトに感染症等を引き起こすことがないようにすることである．この目的を達成するために適切な医薬品製造工程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守が果たす役割は大きい．

前述のように，医薬品生産に汎用されているげっ歯類細胞には内在性のレトロウイルスの存在が知られているが，2 重 3 重に安全性が確保されているのは精製段階等で適切な不活化・除去処理工程が取り入れられていることによる．極端な例としては，製造の手段として，意図的にウイルスや微生物等を使用する場合もある．これについても，製造工程や精製工程に当該ウイルス等に適応した除去や不活化手段が適切に取り入れられており，医薬品として使用することにおいて，ヒトへの感染の危険性は十分に否定され，安全性が担保されるという対応策がとられている．更に，当該動物において，仮にヒトに対する感染性物質の有無に関して明らかにすることが困難である場合や，原料にウイルス等が存在している場合があったとしても，製造段階や精製段階等で適切な不活化・除去処理工程が取り入れられ，その有効性が検証され，また GMP 等による適切な工程管理がなされることにより，十分に安全性が確保されるならば，当該原料の使用が可能な場合もある．

5．まとめ

医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物が，「各医薬品の使用方法において，ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さないもの」として求められている要件は，「医薬品原料の起源としてのヒトを含む動物の適格性に関する評価，適切な医薬品製造過程の設定と管理及び最終製品の用法・用量の遵守という全体方策をとおして，ヒトに感染症を引き起こすことはないもの」である．

なお，本課題への対応は，その時点での科学的水準をふまえて行うこととするが，ヒトにおける感染症，動物由来感染症等に関する新たな知見及び学問・技術の進歩を随時反映した合理的根拠に基づくものとする必要がある．

20．バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品の製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ否定試験

本文書は，バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品の製造に使用する細胞基材で細胞バンクを基にするものに対し，現段階で実施すべきと考えられるマイコプラズマ否定試験について述べたものである．

試験方法としては，A．培養法，B．指標細胞を用いた DNA 染色法，C．ポリメラーゼ連鎖反応（PCR）による検出法が挙げられる．

本マイコプラズマ否定試験の対象は，マスター・セル・バンク（MCB），ワーキング・セル・バンク（WCB）及び医薬品製造工程中の培養細胞である．これらに対して，A 法と B 法による試験を実施する．ただし，B 法はマイコプラズマ由来以外の DNA も検出するので，B 法のみ陽性を示した場合は C 法によりマイコプラズマの存在を否定することも考えられる．この場合，C 法に用いるプライマーその他の試薬や反応条件を含めた試験方法の選択，方法の感度と特異性及び検体調製の妥当性を含め，マイコプラズマの存在を否定できると判定した合理的な理由を示す必要がある．

マイコプラズマ否定試験を実施する前には，検体がマイコプラズマ発育阻止因子を有するかどうか試験しておく必要がある．発育阻止因子が含まれる場合には，遠心分離，細胞の継代などの適切な方法により発育阻止因子を中和あるいは除去する．

検体を採取後 24 時間以内に試験するときは 2 ～ 8℃ で，24 時間を超える場合は－60℃ 以下で保存する．

マイコプラズマが検出された場合，種を同定するための試験を行えば混入の原因を推定するのに役立つ可能性がある．

A．培養法

1．培地

培養法にはカンテン平板培地と液体培地の両方を使用する．両培地にはペニシリン以外の抗生物質を使用してはならない．使用する培地としては，生物学的製剤基準に記載されているものを参考にすること．ただし，2.の培地の性能試験に適合するものであれば他の培地でもよい．

2．培地の性能試験

試験に用いる培地については，各ロットごとにマイコプラズマの発育性能に関し，適性であるか否かの試験を実施する．そのためには，少なくとも 2 種類の既知の菌株，デキストロース分解マイコプラズマ（*M. pneumoniae* FH 又は同等の種又は株）とアルギニン分解マイコプラズマ（*M. orale* CH 19299 又は同等の種又は株）を陽性対照として加えた培地での試験をその都度実施し，これらの既知のマイコプラズマが検出できることを確認しておく必要がある．陽性対照試験に使用するマイコプラズマ株は，公的又は適切と認められた機関より入手後適切に管理されたもので，100 CFU 以下で培地に接種する．

3．培養及び観察

1）カンテン平板培地 1 枚当たり検体（細胞懸濁液）0.2 mL 以上を，プレートに均等に拡がるように接種する．カンテン平板培地は 1 検体当たり 4 枚以上とする．検体を接種した後，カンテン平板培地表面を乾燥し，半数のカンテン平板培地は 5 ～ 10 % の炭酸ガスを含む空気中（好気的条件）で，残りの半数は 5 ～ 10 % の炭酸ガスを含む窒素ガス中（嫌気的条件）で，いずれも適切な湿度のもと 36 ± 1 ℃ において 14 日間以上培養する．

2）液体培地 1 本当たり検体（細胞懸濁液）10 mL 以上を，100 mL の液体培地を入れた容器に接種する．液体培地は 1 検体当たり 2 本とし，各々 1 本ずつを好気的条件及び嫌気的条件で培養する．

被検細胞の培養液中に抗生物質などのマイコプラズマ発育阻止因子が含まれているような場合には発育阻止因子を除去する必要があるが，遠心処理などはそうした目的に適している．

3）2）での培養開始後 3 日目，7 日目及び 14 日目の計 3 回にわたり，それぞれ各液体培地より 0.2 mL ずつを採取し，カンテン平板培地各 2 枚以上に接種する．カンテン平板培地での培養に際しては，好気培養した液体培地から植え継いだものは好気的条件で，嫌気培養した液体培地から植え継いだものは嫌気的条件で，それぞれ 36 ± 1 ℃ で 14 日間以上培養する．

4）全カンテン平板培地を対象に 7 日目と 14 日目に 100 倍以上の倍率の顕微鏡でマイコプラズマの集落の有無を調べる．

B．指標細胞を用いた DNA 染色法

試験操作法の妥当性についてあらかじめ検討するため，培養 Vero 細胞に 100 CFU 以下の *M. hyorhinis* DBS 1050 又は *M. orale* CH 19299 を接種する．

マイコプラズマ汚染の検出に関して既知のものと同等以上の検出感度があることを示すデータがある場合は上記以外の指標細胞やマイコプラズマ菌株を本試験に使用することもできる．マイコプラズマ菌株は，公的又は適当と認められた機関より入手後適切に管理されたものでなければならない．細胞は適当と認められた細胞保存機関からマイコプラズマが検出されていないことを確認したデータと共に入手しなければならない．入手した細胞は，マイコプラズマ混入を避けて注意深く培養し，多数の種ストックを作製して，本文書で示すいずれか一つ以上の方法でマイコプラズマの混入を否定した後，凍結保存する．試験にはこのストックを解凍し，6 継代以内のものを使用しなければならない．

カバーグラスを沈めた培養ディッシュ又は同等の容器に指標細胞を接種し，1 日増殖させる．この培養ディッシュ 2 枚以上に試験検体（細胞培養上清）1 mL 以上を接種する．

試験には，陰性（非接種）対照及び 2 種類のマイコプラズマ陽性対照をおく．陽性対照には，例えば *M. hyorhinis*（DBS 1050）及び *M. orale*（CH 19299）100 CFU 以下を使用する．

細胞は 5 % 炭酸ガスを含む空気中 36 ± 1 ℃ において 3 ～ 6 日間培養する．

カバーグラス上の培養細胞を固定後，ビスベンズイミダゾール（bisbenzimidazole）又は同等の染色剤により DNA 蛍光染色し，蛍光顕微鏡（倍率 400 ～ 600 倍又はそれ以上）でマイコプラズマの存在を検鏡する．陰性対照及び陽性対照と検体を比較しマイコプラズマ汚染の有無を判定する．

方法

1）細胞培養用ディッシュ（直径 35 mm）に滅菌したカバーグラスを無菌的に置く．

2）10 % ウシ胎児血清（あらかじめマイコプラズマがないことを確認しておく）を含むイーグルの最少必須培地中に Vero 細胞が 1 mL 当たり 1×10^4 細胞となるように細胞懸濁液を調製する．

3）Vero 細胞懸濁液 2 mL を各培養ディッシュに接種する．このときカバーグラスを培地中に完全に沈め，培地表面に浮かないように注意する．細胞がカバーグラスに接着するよう 5 % 炭酸ガスを含む空気中 36 ± 1 ℃ で 1 日培養する．

4）培地を新鮮な培地 2 mL と交換した後，試験検体（細胞培養上清）0.5 mL を培養ディッシュ 2 枚以上に添加する．陰性対照と陽性対照（*M. hyorhinis* 及び *M. orale* 等の 2 種類のマイコプラズマ）についても同じ操作を行う．

5）培養液を 5 % 炭酸ガスを含む空気中 36 ± 1 ℃ で 3 ～ 6 日間培養する．

6）各ディッシュより培養液を除去し，メタノール/酢酸（100）混液（3：1）（固定液）2 mL をそれぞれに加え，5 分間放置する．

7）各ディッシュより固定液を除去し，再度各ディッシュに同量の固定液を加え 10 分間放置する．

8）固定液を除去し，すべてのディッシュを完全に風乾する．

9）各ディッシュにビスベンズアミド（bisbenzamide）蛍光染色液 2 mL を加え，ディッシュに蓋をして室温で 30 分間静置する．

10）各ディッシュより染色液を吸引除去し，ディッシュを蒸留水 2 mL で 3 回洗浄する．カバーグラスを取り出し乾燥する．

11）カバーグラスに封入液を滴加して封入する．余分な封入液をカバーグラスの端より吸い取る．

12）400 ～ 600 倍又はそれ以上の倍率の蛍光顕微鏡で観察する．

13）検体と陰性対照及び陽性対照の顕微鏡像を比較する．

14）細胞核を囲むように微小な核外蛍光斑点を持つ細胞が 1000 個のうち 5 個（0.5 %）以上あれば陽性と判定する．

C．ポリメラーゼ連鎖反応（PCR）による検出法

PCR 法は，非常にわずかな量のマイコプラズマ DNA を特異的に検出することが可能な方法として現在ではよく知られており，細胞のマイコプラズマ汚染の検査法として，近年広く利用されてきている．しかし，その感度と特異性は採用した方法に依存し，また PCR で陽性反応を得てもそれは必ずしも生きたマイコプラズマの存在を意味するものではない．

PCR 法では培養細胞から得た DNA を特異的なプライマーを用いて増幅することによって目的 DNA の有無を検出する．試験の検出感度と特異性を高めるには 2 段 PCR 法（ネステッド PCR 法）を用いることが望ましい．試験は陽性対照（例えば 100 CFU 以下の *M. hyorhinis*）と陰性対照を置き実施する．

細胞又は細胞培養液に含まれるマイコプラズマ DNA を増幅するにはマイコプラズマに共通な DNA 配列に対応するプライマーを用いる．増幅に際しては耐熱性 DNA ポリメラーゼのような適切なポリメラーゼを用い適切な条件下で反応を行う．増幅した DNA をアガロースゲル電気泳動を用いて分離し，エチジウムブロマイド染色後，UV 照射により検出する．

本法で重要な点は，マイコプラズマに特異的で，かつ広範囲のマイコプラズマによく保存されている塩基配列に対応するプライマーを用いることである．例えばマイコプラズマの 16 S－23 S リボソーム遺伝子間のスペーサー領域等に対応するプライマーがある．

1 次 PCR で陰性となった場合には，感度と特異性を高めるためネステッドプライマーを用いる 2 段 PCR 法を実施することが望ましい．

2 次 PCR に用いるプライマーは内側配列部分のネステッドプライマーを選択する．アウター及びインナープライマーは実験的又は文献的に有効性と特異性が証明されていなければならない．

なお，Vero 細胞を用いて検体中に存在する可能性があるマイコプラズマの増殖を図った後に PCR を行い，感染性マイコプラズマ由来の DNA の検出精度を高める方法もある．

以下に 2 段 PCR 法の例を示す．試薬や反応条件については，例示に限らず，適切であることが確認されている場合にはそれを使用してもよい．他の方法を使用する場合は，用いた方法の妥当性が立証され，その詳細が記載されていなければならない．その中に方法の感度と特異性が示されていなければならない．

操作法の例

1．テンプレートの調製

1）被験細胞懸濁液（必要なら Vero 細胞により継代する）600 μL をチューブにとり，細胞を 0.1 % SDS 等で溶かし，同量の TE 緩衝液（10 mmol/L トリス－塩酸（pH 8.0），1 mmol/L EDTA）を飽和したフェノールを加え，混合する．

2）室温で 15000 rpm，5 分間遠心する．

3）上清 400 μL を別のチューブに移し，3 mol/L 酢酸ナトリウム 10 μL を加える．

4）エタノール（95）1 mL（2.5 倍量）を加え，十分に撹拌する．15 分間氷冷した後，4 ℃ で 15000 rpm，10 分間遠心する．

5）上清を除去し，沈殿を 80 % エタノール 200 ～ 300 μL で 1 ～ 2 回洗浄し，洗液はピペットで除去する．4 ℃ で 15000 rpm，10 分間遠心後，上清を完全に除去し，沈殿を乾燥する．

6）沈殿を精製水 40 μL に溶解する．

2．陽性対照，陰性対照についても同様の処理を行う．

3．1段目 PCR

1）耐熱性 DNA ポリメラーゼ，dNTP 溶液，アウタープライマー，反応緩衝液（Mg イオンを含む）を混合し，1 本のチューブに 90 μL ずつ分注する．

2）調製したテンプレートより 10 μL をとり，1 段目の PCR 反応液（90 μL）を入れたチューブ 1 本ずつに加える．

3）ミネラルオイル等を滴加して反応中の蒸発を防ぎながら，94 ℃ で 30 秒間の変性，プライマーに適した温度（例示のプライマーの場合は 55 ℃）で 2 分間のアニーリング，72 ℃ で 2 分間の伸長を，30 回繰り返し DNA 増幅を行う．

4．2段目 PCR

1）耐熱性 DNA ポリメラーゼ，dNTP 溶液，インナープライマー，反応緩衝液（Mg イオンを含む）を混合し，1 本のチューブに 99 μL ずつ分注する．

2）1 段目の PCR を終了したチューブから，それぞれの生成物（1 μL）をとり，2 段目の PCR 反応液（99 μL）を入れたチューブ 1 本ずつに加える．

3）ミネラルオイル等を滴加して反応中の蒸発を防ぎながら，94 ℃ で 30 秒間の変性，プライマーに適した温度（例示のプライマーの場合は 55 ℃）で 2 分間のアニーリング，72 ℃ で 2 分間の伸長を，30 回繰り返し DNA 増幅を行う．

5．アガロースゲル電気泳動

1）1 段目及び 2 段目の PCR 生成物（10 μL）を，泳動の先端を確認するための適当な色素液（2 μL）と混合し，1 % アガロースゲル電気泳動を行う．

2）アガロースゲルをエチジウムブロマイドにより染色し，紫外線照射条件下で写真撮影する．

3）DNA バンドが検出された場合，陽性と判定する．

［プライマーの例示］

・マイコプラズマ検出用

アウタープライマー

F1：5′–ACACCATGGGAG(C/T)TGGTAAT–3′

R1：5′–CTTC(A/T)TCGACTT(C/T)CAGACCCAAGG–CAT–3′

インナープライマー

F2：5′–GTG(G/C)GG(A/C)TGGATCACCTCCT–3′

R2：5′–GCATCCACCA(A/T)A(A/T)AC(C/T)CTT–3′

（ ）は混合

［PCR 反応液］

	［1 段目］		［2 段目］	
dNTP 溶液（各 1.25 mol）	16 μL		16 μL	
プライマー（10 pmol/μL）	F1	2 μL	F2	2 μL
プライマー（10 pmol/μL）	R1	2 μL	R2	2 μL
耐熱性 DNA ポリメラーゼ（1 U/μL）	2 μL		2 μL	
反応緩衝液	68 μL		77 μL	
25 mmol/L 塩化マグネシウム	8 μL		8 μL	
10 倍緩衝液*	10 μL		10 μL	
滅菌精製水	50 μL		59 μL	

*10 倍緩衝液の組成

2–アミノ–2–ヒドロキシメチル–1,3–プロパンジオール・塩酸（pH 8.4）	100 mmol/L
塩化カリウム	500 mmol/L
塩化マグネシウム	20 mmol/L
ゼラチン	0.1 g/L

［Vero 細胞中でマイコプラズマを増殖させる方法］

1）試験検体，陽性対照及び陰性対照について，それぞれ 2 枚以上のディッシュを使用する．

2）細胞培養用ディッシュ（直径 35 mm）に，10 % ウシ胎児血清（PCR によりあらかじめマイコプラズマ DNA が検出されないことを確認しておく）を含むイーグル最少必須培地を用いて調製した Vero 細胞懸濁液（1×10^4 細胞/mL）を 2 mL ずつ加え，5 % 炭酸ガスを含む空気中，36±1℃ で 1 日培養する．

3）古い培地を新鮮な培地と交換し，試験検体（細胞培養上清）0.5 mL を Vero 細胞の培養ディッシュ 2 枚以上に接種する．陽性対照（例えば 100 CFU 以下の *M. hyorhinis*）と陰性対照についても同じ操作を行う．

4）試験検体，陽性対照並びに陰性対照を接種した Vero 細胞の培養ディッシュをそれぞれ 5 % 炭酸ガスを含む空気中，36±1℃ で 3 ～ 6 日間培養する．

21．培地充てん試験法

本試験法は，無菌操作法で製造される医薬品の無菌性保証の適切性を充てん医薬品の代わりに無菌培地などを用いて検証するプロセスバリデーションの一方法である．したがって，充てん・閉塞工程，作業環境，作業操作，作業従事者などについては，実製品の製造工程を用い，かつ最悪ケースを想定したものでなければならない．本試験を実施するに当たっての必要な情報については，医薬品 GMP，WHO 医薬品 GMP，ISO 基準などを参考にすること．

1．培地充てん試験の実施頻度

1.1　初期評価

初期評価の対象は，それぞれ初めて使用する設備，装置，工程及び異なった容器デザイン（同じ容器デザインでサイズの異なるものは除く）などである．実製品のロットサイズが 3000 個以上の場合は，培地充てん試験を少なくとも連続 3 回，別々の日に実施する．実製品のロットサイズが 3000 個未満の場合は，表 3 による．

1.2　再評価

1）それぞれの充てんラインの各作業シフトについて定期的に実施する．無菌作業従事者は，無菌操作に関する教育訓練を受け，培地充てん試験に参加した者でなければならない．

2）充てんラインを 6 箇月以上使用しなかった場合は，その充てんラインを再使用する前に初期評価に準じる回数の培地充てん試験を実施しなければならない．

3）無菌性保証に影響を与える工程，設備又は装置の変更（標準部品の交換は再評価の対象にならない），無菌重要工程作業者の変更（例えば，新しい作業者の参入），環境微生物試験結果の異常，最終製品の無菌試験で汚染製品が認められた場合には，必要に応じて初期評価に準じる回数の培地充てん試験を実施しなければならない．

2．培地充てん試験の許容基準

0.1 % の汚染率を十分に検出できる数の容器に培地を充てんし，95 % 信頼上限値での汚染率が 0.05 % 以上，0.1 % 未満を警報基準値，0.1 % 以上を処置基準値とする．充てん容器数と警報基準値及び処置基準値との関係について表 1 に示す．表 2 は，充てん容器数当たり検出された汚染容器個数の汚染率を求めるために使用される．なお，培地充てん試験における汚染率 0.05 % は最低許容基準であって，製造者はより低い汚染率を達成できるよう努力しなければならない．無菌充てんラインの初期評価及び再評価に対する警報基準値及び処置基準値と，それらに対して必要な行動を表 3 及び表 4 に示す．実製品のロットサイズが 3000 個未満の場合の培地充てん試験における警報基準値及び処置基準値は，半自動若しくは手動製造を考慮したものとなっている．

2.1　各基準値と必要な行動

2.1.1　初期評価・培地充てん試験

1）警報基準値未満の場合には，培地充てん試験に適合しているものとみなす．

2）連続 3 回以上行った培地充てん試験のいずれかにおいて警報基準値又は処置基準値に達した際には，汚染原因の調査後，更に 3 回以上培地充てん試験を行い，各試験結果が警報基準値未満の場合には，培地充てん試験に適合しているものとみなす．

2.1.2　再評価・培地充てん試験

1）警報基準値未満の場合には，培地充てん試験に適合しているものとみなす．

2）警報基準値に達した際には，汚染原因の調査が必要であり，更に 1 回培地充てん試験を行い，その試験結果が警報基準値未満の場合には培地充てん試験に適合しているものとみなす．

3）処置基準値に達した際には，汚染原因の調査と同時にそのラインで前回成功した培地充てん試験と今回の培地充てん試験との間に製造された製品に関連した関係記録などについて機敏な調査を行い，必要に応じて保存中及び（又は）販売中の製品に対して適切な行動をとらなければならない．汚染原因の調査後，必要に応じて更に連続 3 回培地充てん試験を行い，3 回の培地充てん試験結果が警報基準値未満の場合には，培地充てん試験に適合しているものとみなす．

2.2　無菌性に影響を及ぼす諸要因

警報基準値又は処置基準値に達した培地充てん試験において，汚染原因の調査を行うに当たって，必要な評価対象要因としては以下のものが含まれる．

1）環境微生物モニタリングデータ

2）環境微粒子モニタリングデータ

3）作業従事者の微生物モニタリングデータ（作業終了時，無塵衣や手袋表面などに付着している微生物のモニタリング）

4）培地，器材，装置等の滅菌サイクルデータ

5）滅菌装置のキャリブレーションデータ

6）滅菌機材の保存状態の適切性

7）HEPA フィルターの評価（空中微粒子レベル，DOP テスト，流速など）

8）使用前及び使用後のフィルター完全性試験結果（フィルターハウジング組立ての適切性も含む）

9）無菌エリアでの空気の流れと圧力の適切性

10）培地充てん試験中に起こった通常と異なった出来事

11）汚染微生物の諸性状検査結果

12）衛生管理方法とそのトレーニング内容の適切性

13）作業従事者のガウニングとそのトレーニング内容の適切性

14）作業従事者の無菌操作技術とそのトレーニング内容の適切性
15）作業従事者の健康状態（特に，呼吸器系疾患による咳やくしゃみなどの影響）
16）その他，無菌性に影響を及ぼす要因

3．培地充てん試験におけるデータ管理

それぞれの培地充てん試験において，下記の事項を詳細なデータとして記録しなければならない．

1）試験実施日時
2）試験実施充てん室，充てんラインの識別
3）容器，栓の種類とサイズ
4）充てん容量
5）充てん速度
6）滅菌フィルターのロット番号，カタログ番号
7）充てん培地の種類
8）充てん容器数
9）培養しなかった充てん容器数とその理由
10）培養容器数
11）陽性容器数
12）培養温度と培養期間
13）実際の製造工程のあるステップを模倣するために使われた方法（例えば，模擬凍結乾燥，又はバイアル空隙ガス置換など）
14）培地充てん試験開始前及び試験実施中に得られた微生物学的モニタリングデータ
15）培地充てん試験参加者リスト
16）充てん培地の性能試験結果（粉末充てんの場合は，微生物発育阻止活性の試験成績も必要）
17）陽性容器から検出された微生物の性状試験結果
18）総合評価

4．培地充てん試験の方法

液状製品，粉末製品及び凍結乾燥製品の無菌製造工程を検証する方法について示す．基本的には，液状製品に対する培地充てん試験法を応用することによって，他の剤形の医薬品及び充てん容器の無菌性検証が可能である．

4.1　培地の選択と性能試験

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト（SCD）培地，又は適当な他の培地を使用する．使用培地の性能試験用菌株としては，無菌試験法に指定されている菌株及び必要に応じて環境モニタリングで検出頻度の高い代表菌を 1 ～ 2 株用いる．各菌を培地充てん試験用培地に 10 ～ 100 個接種し，あらかじめ定めた温度で 5 日間培養したとき，明らかな増殖を示さなければならない．

4.2　培地の滅菌

あらかじめバリデーションの行われた方法に従って滅菌する．

4.3　培養及び観察

培養に先立ち，容器に漏れが認められたもの，又は損傷したものを除去し，記録にとどめる．20 ～ 25℃ で 1 週間，次いで 30 ～ 35℃ で更に 1 週間（若しくは 30 ～ 35℃ で 1 週間，次いで 20 ～ 25℃ で 1 週間），又は 30 ～ 35℃ で 2 週間培養し，少なくとも 3 ～ 7 日目に 1 回及び培養最終日の計 2 回，菌の発育の有無を観察する．汚染が認められた容器については，汚染菌の性状検査を実施する．

A．液状製品

培地充てん手順

施設，装置等の清掃は通常どおりに行い，容器，栓，充てん装置部品，トレイなどは標準操作手順書に従って洗浄，滅菌する．培地充てん試験は，最悪ケース（例えば，打栓ラインの修正，充てん針/チューブの修理又は交換，充てんラインのフィルター交換等の介在作業，最長製造時間，最大バッチサイズ，最多作業者数など）を考慮に入れ，実施する．滅菌容器に適量の培地を製品の開放時間を考慮した充てん速度で充てんし，閉塞する．適当な方法で培地を容器の内表面全体に接触させ，あらかじめ定めた温度で培養する．

B．粉末製品

B.1　充てん粉末の選択と微生物発育阻止活性試験

実製品又はプラセボ粉末を用いる．プラセボ粉末としては，一般に乳糖，D-マンニトール，ポリエチレングリコール 6000，カルボキシルメチルセルロース塩，粉末培地などを用いる．あらかじめ，充てん粉末が微生物に対して発育阻止活性を有するかどうか調べなければならない．粉末培地は精製水で，他の滅菌粉末は培地で培地充てん試験濃度に希釈し，4.1 項に定める培地性能試験用各菌を 1 培地当たり 10 ～ 100 個接種する．あらかじめ定めた温度で 5 日間培養したとき，明らかな増殖が認められれば，充てん粉末には微生物発育阻止活性がないものとみなし，本試験に使用できる．

B.2　充てん粉末の滅菌法

乾燥プラセボ粉末を適当な容器（例えば，二重に熱シールされたポリエチレン袋）に入れ，放射線滅菌を行う．

B.3　充てん粉末の無菌性確認

無菌試験法に従い無菌試験を行うとき，適合しなければならない．ただし，用いた滅菌法のバリデーションが行われている場合には，無菌試験を省略することができる．

B.4　培地充てん手順

下記の中から適当なものを選ぶ．

1）適当な方法で容器に滅菌液体培地を充てん後，粉末充てん機を用い，実製品又は滅菌プラセボ粉末を充てんする．プラセボ粉末として滅菌粉末培地を用いる場合は，滅菌液体培地の代わりに滅菌精製水を充てんする．

2）液体培地を容器に分注後，高圧蒸気滅菌する．この容器を充てんエリアに移動し，粉末充てん機を用いて実製品又は滅菌プラセボ粉末を充てんする．

3）粉末充てん機を用い，容器に実製品又は滅菌プラセボ粉末を充てん後，適当な方法で滅菌液体培地を充てんする．プラセボ粉末として滅菌粉末培地を用いた場合は，滅菌液体培地の代わりに滅菌精製水を充てんする．

C．凍結乾燥製品

凍結乾燥製品の場合，培地充てん試験を凍結乾燥製品の実製造工程と全く同じ条件下で行うことはできない．凍結及び乾燥を行うと，汚染菌を死滅させる可能性がある上，培地の特性も変えてしまう．また，復圧ガスとして不活性ガスを使用すると，好気性菌や真菌の発育を阻害する可能性がある．そのため，通常，凍結及び乾燥を避け，復圧ガスとしては空気が用いられる．

培地充てん手順

下記の方法によるか，又はこれに相当する方法を用いる．

1）製品充てん機を用い，容器に培地を充てん後，半打栓状

態にし，滅菌トレイに集める．

2）トレイを凍結乾燥機にセット後，扉を閉め，製造工程に準じて凍結乾燥の操作を行う．ただし，凍結は行わず，弱い減圧下に適当な時間保持する．

3）減圧保持完了後，復圧し，打栓する．

4）適当な方法で培地を内表面全体に接触させ，あらかじめ定めた温度で培養する．

表 1　培地充てん容器数と基準値

充てん容器数*1	汚染容器数		
	許容基準値	警報基準値	処置基準値
3000	0	—	≧ 1
4750	0	1	≧ 2
6300	0	1 ～ 2	≧ 3
7760	0	1 ～ 3	≧ 4
9160	0	1 ～ 4	≧ 5
10520	1	2 ～ 5	≧ 6
11850	1	2 ～ 6	≧ 7
13150	1 ～ 2	3 ～ 7	≧ 8
14440	1 ～ 2	3 ～ 8	≧ 9
15710	1 ～ 3	4 ～ 9	≧10
16970	1 ～ 3	4 ～10	≧11

*1 実製品のロットサイズと関連させる必要性はない．

表 2　出現汚染容器数に対する
ポアソン分布の 95 % 信頼上限値

出現汚染容器数（k）	95 % 信頼上限値（U）
0	2.9957
1	4.7439
2	6.2958
3	7.7537
4	9.1537
5	10.5130
6	11.8424
7	13.1481
8	14.4346
9	15.7052
10	16.9622

表 2 の 95 % 信頼上限値（U）を用い，充てん容器数（n）当たり検出された汚染容器個数（k）の汚染率（P）を以下のように求めることができる．

$$P = \frac{U}{n} \quad \cdots\cdots式\ 1$$

例：5000 容器に培地を充てんし，2 容器から汚染が認められた場合は，式 1 に n = 5000，U = 6.30（k = 2）を代入し，P = 6.30/5000 = 0.0013 となり，汚染率は 0.13 % となる．

表 3　初期評価・培地充てん試験

製品ロットサイズ	充てん試験回数	警報基準値及び必要な行動	処置基準値及び必要な行動
< 500	1 試験当たり，製品の最大ロットサイズと同レベルの容器数を用い，3 回以上	いずれかの培地充てん試験で 1 容器汚染．原因を調査の上，更に 1 回培地充てん試験を行う．汚染が認められたら「初期評価・培地充てん試験」を繰り返す．	いずれかの培地充てん試験で 2 容器が汚染，又は 2 回の培地充てん試験で各 1 容器が汚染．原因を調査の上，「初期評価・培地充てん試験」を繰り返す．
500 ～ 2999	1 試験当たり，製品の最大ロットサイズと同レベルの容器数を用い，3 回以上	同　上	同　上
≧ 3000	1 試験当たり少なくとも 3000 容器以上を用い，3 回以上	いずれかの培地充てん試験で表 1 に示す警報基準値に達した際は，2.1.1 項に示した行動をとる．	いずれかの培地充てん試験で表 1 に示す処置基準値に達した際は，2.1.1 項に示した行動をとる．

表 4　再評価・培地充てん試験

製品ロットサイズ	充てん試験回数	警報基準値及び必要な行動	処置基準値及び必要な行動
< 500	1 試験当たり，製品の最大ロットサイズと同レベルの容器数を用い，3 回	いずれかの培地充てん試験で 1 容器汚染．原因を調査の上，「再評価・培地充てん試験」を繰り返す．	いずれかの培地充てん試験で 2 容器以上汚染．汚染原因を調査し，「初期評価試験」を繰り返す．
500 ～ 2999	製品の最大ロットサイズと同レベルの容器数を用い，1 回	同上	同上
≧ 3000	少なくとも 3000 容器以上を用い，1 回	表 1 に示す警報基準値に達した際は，2.1.2 項に示した行動をとる．	表 1 に示す処置基準値に達した際は，2.1.2 項に示した行動をとる．

参考資料

1）Good manufacturing practices for pharmaceutical products（WHO-GMP，1992）．

2）ISO 13408-1（Aseptic processing of health care products：Generals）．

22. 微生物殺滅法

微生物殺滅法は，医薬品の製造機器及び製造環境並びに医薬品各条に規定された，微生物関連試験法等を実施する際に必要な微生物の殺滅方法について示すものであって，「最終滅菌法及び滅菌指標体」に示す「最終滅菌法」及び「ろ過法」とは異なる．したがって，本法を適用する目的によって，推測される微生物殺滅効果又は無菌性保証水準は大きく異なり，消毒法及び滅菌法における処理条件も一義的に規定することはできない．一般に，本法を適用するものの性質及び汚染状態（汚染微生物の種類及び汚染程度）に応じて，その適切な選択と操作及び条件の適正化を検討してから，通例，次に示す方法を単独で又は併用して行う．

ただし，本法を医薬品の製造工程に適用するに当たっては，「最終滅菌法及び滅菌指標体」に準じる滅菌バリデーションが必要である．

1. 消毒法

生存する微生物の数を減らすために用いられる処置法で，必ずしも微生物をすべて殺滅したり除去するものではない．一般に，消毒法は化学薬剤（消毒剤）を用いる化学的消毒法と湿熱や紫外線などを用いる物理的消毒法に分けられる．

1.1 化学的消毒法

化学薬剤を用いて微生物を殺滅する方法をいう．化学薬剤の微生物を死滅させる機序及び効果は，使用する化学薬剤の種類，濃度，作用温度，作用時間，消毒対象物の汚染度，微生物の種類・状態（例えば，栄養型細菌及び芽胞細菌）などによって異なる．本法を適用するに当たっては，調製化学薬剤の無菌性及び有効貯蔵期間，適用箇所からの耐性菌出現の防止，残存化学薬剤の製品に与える影響等について注意を要する．化学薬剤を選択するに当たっては，その使用目的によって以下に示すことを考慮に入れ，適切なものを選ぶ．

1) 抗菌スペクトルの範囲
2) 微生物の死滅に要する作用時間
3) 作用の持続性
4) たん白質存在下での効果
5) 人体に対する影響
6) 水に対する溶解性
7) 消毒対象物への影響
8) 臭気
9) 使用方法の簡便性
10) 廃棄処理方法の容易性
11) 廃棄に伴う環境への影響
12) 耐性菌の出現頻度

1.2 物理的消毒法

化学薬剤を用いないで微生物を殺滅する方法をいう．

（i） 流通蒸気法：加熱水蒸気を直接流通させることによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，高圧蒸気法によって変質するおそれのあるものに用いる．通例，当該物を 100 ℃の流通蒸気中に 30 ～ 60 分間放置する．

（ii） 煮沸法：沸騰水中に沈め，加熱することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，高圧蒸気法によって変質するおそれのあるものに用いる．通例，当該物を沸騰水中に沈め，15 分間以上煮沸する．

（iii） 間けつ法：80 ～ 100 ℃ の水中又は流通水蒸気中で 1 日 1 回，30 ～ 60 分間ずつ 3 ～ 5 回加熱を繰り返すことによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，高圧蒸気法によって変質するおそれのあるものに用いる．なお，60 ～ 80 ℃ で同様に加温を繰り返す低温間けつ法もある．加熱又は加温の休止中は，20 ℃ 以上の微生物の発育に適切な温度に保つこと．

（iv） 紫外線法：通例，254 nm 付近の波長を持つ紫外線を照射することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，比較的平滑な物品表面，施設，設備又は水，空気などで，紫外線照射に耐えるものに用いる．本法は，化学的消毒法で見られる耐性菌出現の心配もなく，細菌，真菌及びウイルスに対して殺滅効果を示すが，人体に対して直接照射すると目や皮膚に障害を受けるので注意を要する．

2. 滅菌法

2.1 加熱法

加熱法を行うとき，温度又は圧力などが規定の条件に至るまでの加熱時間は，本法が適用されるものの性質，容器の大きさ及び収納状態などにより異なる．なお，本法を行う時間は，本法が適用されるもののすべての部分が規定の温度に達してから起算する．

（i） 高圧蒸気法：適当な温度及び圧力の飽和水蒸気中で加熱することによって，微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主としてガラス製，磁製，金属製，ゴム製，プラスチック製，紙製若しくは繊維製の物品，水，培地，試薬・試液又は液状の試料などで，熱に安定なものに用いる．通例，高圧蒸気法の場合は次の条件で滅菌を行う．

115 ～ 118 ℃	30 分間
121 ～ 124 ℃	15 分間
126 ～ 129 ℃	10 分間

（ii） 乾熱法：乾熱空気中で加熱することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主としてガラス製，磁製，金属製の物品，鉱油，油脂類又は粉体の試料など，熱に安定なものに用いる．ガス又は電気により直接加熱するか，加熱した空気を循環させる方式などがある．通例，乾熱法の場合は，次の条件で滅菌を行う．

160 ～ 170 ℃	120 分間
170 ～ 180 ℃	60 分間
180 ～ 190 ℃	30 分間

2.2 照射法

（i） 放射線法：放射線同位元素から放出する γ 線又は電子加速器から発生する電子線や制動放射線（X 線）を照射することによって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主としてガラス製，磁製，ゴム製，プラスチック製又は繊維製の物品などで，放射線照射に耐えるものに用いる．本法が適用されるものの材質，性状又は汚染状況などによって線量を調節して行うが，適用後の品質の変化には特に注意する．

（ii） 高周波法：高周波を直接照射し，発生する熱によって微生物を殺滅する方法をいう．本法は，主として水，培地又は試液などで高周波の照射に耐えるものに用いる．通例，2450 ± 50 MHz の高周波が用いられる．

2.3 ガス法

滅菌用ガスを用いて微生物を殺滅する方法をいう．滅菌用ガスとしては，酸化エチレンガス，ホルムアルデヒドガス，過酸化水素ガス及び二酸化塩素ガスなどが用いられる．ガスの種類

によって，滅菌時の温度，湿度，ガス濃度，滅菌時間が異なり，更に人体に悪影響をもたらすものもあるので，使用環境及び残留ガス濃度については厳重な注意が必要である．ガス法の中には，滅菌後の微生物の死滅を定量的に測定又は推測できないものもある．

2.4　ろ過法

適当なろ過装置を用いてろ過し，微生物を除去する方法をいう．本法は，主として気体，水又は可溶性で熱に不安定な物質を含有する培地・試液などに用いる．通例，滅菌用フィルターには孔径 0.22 μm 以下のフィルターが用いられるが，本法においては，孔径 0.45 μm 以下のフィルターの使用も許容される．

23．非無菌医薬品の微生物学的品質特性

非無菌医薬品は汚染微生物の増殖を許容する可能性があり，その結果，当該医薬品の薬効を損ね，患者の健康に悪影響をもたらす危険性がある．そのため，医薬品製造者は非無菌医薬品の品質，安全性，有効性を確保するために，最終製剤，医薬品原料，直接の容器又は直接の包装の微生物汚染を可能な限り低く抑える責務がある．本指針は，非無菌医薬品及び医薬品原料中に存在する増殖能力を有する微生物（細菌及び真菌）の限度の目安を基準値として示したものである．対象微生物の生菌数試験法，特定微生物（大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌等）の検出法並びにその同定法は，「微生物限度試験法」に準拠して行う．非無菌医薬品に対して生菌数試験及び特定微生物試験を実施するに当たっては，微生物管理計画を確立し，それを当該医薬品の品質保証システムの重要な一部として位置づけなければならない．また，試験実施者及び責任者は，微生物の取扱い技術及びデータ解釈について専門知識を有していなければならない．

1．定義

1.1　非無菌医薬品

日本薬局方の医薬品各条に収載されているもので無菌でないもの及び中間製品や最終製品で無菌でないもの．

1.2　医薬品原料

原薬，添加剤を含む医薬品製造に用いるすべての物質．ただし，医薬品製造用水及びガス類は除く．

1.3　バイオバーデン

非無菌医薬品中に生存する微生物（細菌及び真菌）の数と種類．

1.4　処置基準値

直ちに調査を行い，必要に応じて是正措置をとらなければならないバイオバーデンに対して設定した基準値．

1.5　警報基準値

予知される問題点を早急に警告するものとして，直ちに是正措置をとる必要はないが，調査は行う必要があるバイオバーデンに対して設定した基準値．

1.6　品質保証システム

品質管理を実施するために必要となる製造業者の組織構造（責任，権限及び相互関係）及び実施手順．

2．試験の適用除外

抗菌活性を有する非無菌医薬品には，通例，生菌数試験及び特定微生物試験を適用しないが，適応菌種以外の微生物については試験を行う．生菌を有効成分とする非無菌医薬品には，通例，生菌数試験を適用しない．

3．試料の採取方法及び試験の実施頻度

3.1　試料の採取方法

一般に，非無菌医薬品や医薬品原料ロット中の微生物汚染は均一でない．偏りのある試料採取方法では，正確なバイオバーデン値を推測できない場合もある．したがって，回顧的又は同時的バリデーションで得られたバイオバーデンデータの解析に基づいて，非無菌医薬品又は医薬品原料ロットを代表できる採取方法を確立する必要がある．通例，同一製造番号の非無菌医薬品又は医薬品原料の任意に選択した異なる数箇所（少なくとも 3 箇所以上）から試料をほぼ同量ずつ採取し，それらを合わせたものを被験試料とする．

また，清浄度管理環境下での試料採取が困難な場合には，採取環境や採取器材に注意を払い，採取した試料のバイオバーデンが不注意による汚染によって影響されないようにしなければならない．乾燥又は非水性の非無菌医薬品や医薬品原料においては，採取試料中のバイオバーデンが変化しないことが確認されている場合，微生物限度試験を試料採取直後に行う必要はない．

3.2　試験の実施頻度

試験の実施頻度は，別に規定されている場合を除き，種々の要因を考慮して設定しなければならない．これらの要因には次のものがある．

a）非無菌医薬品の剤形（用法）
b）製造方法
c）製造頻度
d）医薬品原料の特性（天然物より製したもの，化学合成で製したもの等）
e）ロットサイズ
f）バイオバーデン値のばらつき（ロット間，季節変動等）
g）バイオバーデンに影響を及ぼす変更事項（製造工程の変更，医薬品原料の入手先の変更，医薬品原料ロットの変更等）
h）その他

医薬品の製造初期段階においては，医薬品原料や当該医薬品の微生物学的品質特性を把握するために，一般に高頻度に微生物限度試験を行う必要がある．しかし，回顧的又は同時的バリデーション等のデータを蓄積することによって，例えば，季節ごと，一定期間ごと，数ロットごと等，試験頻度を少なくすることができる．

4．微生物管理計画書

非無菌医薬品に「微生物限度試験法」を適用する場合には，当該医薬品からの微生物の回収法，培養法，計測法の妥当性を検証した上で，次の事項を定めた微生物管理計画書を作成しなければならない．

a）試験対象医薬品名（品目名）
b）試料採取頻度及び試験実施頻度
c）試料の採取方法（採取者，採取量，採取環境等を含む）
d）採取試料の試験室への移動（試験実施までの保存条件を含む）
e）試料の処理方法（微生物の回収方法）
f）生菌数の測定方法（供試量，培地の種類，培地の性能試

験，培養方法等を含む）
g）特定微生物の検出方法（供試量，培地の種類，培地の性能試験，培養方法等を含む）
h）生菌数の算出方法及び検出菌の性状検査
i）微生物限度基準値（警報基準値，処置基準値）の設定
j）微生物限度基準値を超えた場合の対処方法
k）試験実施者，試験責任者等
l）その他の必要な事項

5. 非無菌医薬品の微生物限度基準値

微生物限度基準値を設定することにより，医薬品原料中の微生物学的品質が維持されているか又は悪化しているかを製造初期段階に判断することができる．また，必要に応じて適切な是正措置をとることも可能となり，医薬品原料の微生物学的品質の維持，改善に役立てることができる．

合成及び鉱物由来原料に対する微生物限度基準値は，別に規定するもののほか，表 1 に従う．化学合成で製する医薬品原料は製造工程において高温処理，有機溶媒処理などを行うことにより一般に低いバイオバーデン状態にあるが，植物や動物由来の医薬品原料は，一般に合成原料よりかなり高いバイオバーデン状態にある．

非無菌医薬品の製造に用いる常水や精製水の微生物学的特性は，最終製品の微生物学的品質に直接影響を及ぼすので，これらの微生物管理にも，細心の注意が必要である．

非無菌医薬品の最終製剤に対する微生物限度基準値の判定は，別に規定するもののほか，表 2 に従う．これらの基準値は，非無菌医薬品の適用法，水との親和性などに基づき規定されている．経口用の液状製剤や水との親和性の高い非無菌医薬品については，一般に低い微生物限度基準値が設定されている．本指針では，非無菌医薬品に対する特定微生物として，大腸菌，緑膿菌，黄色ブドウ球菌及び *Candida albicans* を掲げているが，医薬品原料の由来や非無菌医薬品の製法によっては，これら以外の微生物（例えば *Clostridium*，*Pseudomonas*，*Burkholderia*，*Aspergillus* 属や大腸菌群の一部の菌種）についても注意を払わなければならない場合がある．

これら検出されてはならない特定微生物は，製造における衛生管理の指標，投与経路による病原性，製品中での生存特性や増殖能等を考慮して定めたものである．汚染微生物数を正確に計測することは困難であるので，本指針では表 1 及び表 2 に示した基準値の 2 倍までを許容値とする．

6. 生薬及び生薬を配合した製剤の微生物限度基準値

生薬及び生薬製剤の微生物限度の目安を基準値として表 3 に示す．カテゴリー 1 は，熱湯で処理して用いる生薬及びその製剤，カテゴリー 2 は，その他の生薬及びその製剤である．本指針では，生薬及び生薬製剤に対する特定微生物として，腸内細菌とその他のグラム陰性菌，大腸菌，サルモネラ及び黄色ブドウ球菌を掲げているが，生薬原料の由来や生薬を配合した製剤の製法によっては，これら以外の微生物（例えば *Bacillus cereus*，*Clostridium*，*Pseudomonas*，*Burkholderia*，*Aspergillus* 属や大腸菌群の一部の菌種）についても注意を払わなければならない場合がある．

表 1　医薬品原料の微生物限度基準値

微生物	限度値（cfu/g 又は cfu/mL）
好気性細菌	≦1000
真菌（カビ，酵母）	≦100

表 2　最終製剤の微生物限度基準値

投与経路	好気性細菌数（cfu/g又はcfu/mL）	真菌数（cfu/g又はcfu/mL）	特定微生物の非検出(例示)
吸入(液剤)	≦20	≦20	黄色ブドウ球菌 緑膿菌
吸入(粉末)	≦100	≦50	黄色ブドウ球菌 緑膿菌
鼻腔	≦100	≦50	黄色ブドウ球菌 緑膿菌
膣内	≦100	≦50	大腸菌 黄色ブドウ球菌 *Candida albicans*
耳又は局所（経皮吸収貼付剤を含む）	≦100*	≦50*	黄色ブドウ球菌 緑膿菌
直腸	≦1000	≦100	特定せず
経口(固形剤)	≦1000	≦100	大腸菌
経口(液剤)	≦100	≦50	大腸菌

＊　経皮吸収貼付剤については，貼付剤当たりの cfu とする．

表 3　生薬及び生薬を配合した製剤の微生物限度基準値

微生物	カテゴリー 1	カテゴリー 2
	（cfu/g 又は cfu/mL）	
好気性細菌	10^7	10^5
真菌	10^4	10^3
腸内細菌とその他のグラム陰性菌	※	10^3
大腸菌	10^2	非検出
サルモネラ	非検出	非検出
黄色ブドウ球菌	※	※

※　限度値は設けていない．

24. プラスチック製医薬品容器

種々のプラスチックが医薬品の容器に使われている．しかし，それが医薬品の有効性と安全性，安定性を損なうものであってはならない．容器の選択に当たっては，添加された物質などを含むプラスチック容器の製造過程に関するすべての情報を得ることが望ましい．個々のプラスチックはその特有の性質を持つし，容器に充てんされる医薬品の性質も様々であるので，プラスチック製医薬品容器の適合性は個別のプラスチックの性質と医薬品の性質の組合せの中で判断されるべきである．この判断は，試作した医薬品製剤の容器が基本要件，すなわち，設計仕様に適合するか否かを試験及び/又は学術文献などに基づいて検証して行うべきである．また，その適合性は適切な品質保証計画に基づいて維持されなければならない．

また，プラスチック容器の導入に当たっては，適切な廃棄処理を考慮することが望ましい．

プラスチック製医薬品容器設計における基本要件

容器の材料プラスチックは一定水準以上の品質を有するものでなければならない．材料組成を保証できないようなリサイクル・プラスチックは使用してはならない．

容器からの溶出物又は移行物が内容医薬品の有効性と安定性を損なってはならない．また，それらの溶出物又は移行物は一定以上の毒性を示してはならない．また，容器から内容医薬品へのモノマーや添加剤などの化学物質の溶出量又は移行量は安全性の見地から十分に低くなければならない．

容器は，その用途に見合ったレベルの硬さや柔軟性，耐衝撃性，引っ張り強度，引き裂き強度，曲げ強度，耐熱性などの物理的性質を備える必要がある．

保存中に内容医薬品の品質が低下してはならない．すなわち，光に不安定な医薬品の場合には，容器に一定の遮光性が必要である．また，酸化されやすい医薬品の場合には，酸素を透過しやすい容器材料は不適切である．また，水溶液医薬品や乾燥を必要とする医薬品の場合には，水蒸気を透過しやすい容器材料は不適切である．また，水以外の溶液の場合でも当該溶媒の透過性に同様の注意が必要である．内容医薬品が容器の表面に吸着したり，容器材料内部に移行したり，通過したりして，医薬品濃度が一定以上減少してはならない．また，容器材料との相互作用によって内容医薬品が変性してはならない．

容器は，内容医薬品によって変形したり，劣化したり，変質したりしてはならない．また，貯蔵・運搬時に考えられる高温又は低温，若しくはその繰り返しにあっても，許容できないような容器の機能の低下をきたしてはならない．

異物や濁りの有無を目視によって検査する必要がある医薬品の場合には，容器には必要なレベルの透明性が必要である．

滅菌を必要とする医薬品にあっては，容器の品質が滅菌前後に変化する可能性があれば，以上の容器の基本要件は滅菌後に満たされる必要がある．滅菌後に，一定以上の新たな毒性物質の残留や生成があってはならない．また，容器の構造及び材質は，滅菌後の貯蔵・運搬時にあって内容医薬品の微生物汚染を招くものであってはならない．

設計段階における容器の毒性評価

設計段階において，容器について毒性評価を実施する必要がある．その際，各種毒性試験の試験方法とそれに基づいた評価基準を設定する．その根拠を明らかにすることが望ましい．試験は試作された容器又はその部分を試料として行うものとする．容器が複数の部分からなり，これらが別の材料からできている場合には，それぞれの材料部分について試験を行う．複合材料（ラミネート，コンポジットなど）の場合は一種類の材料とみなすが，できるだけ内容医薬品が接する面が抽出液などによく接するように工夫して試験することが望ましい．

内容医薬品の適用部位によって，容器の毒性評価に必要な試験項目は異なる．

1）血液に接触する製剤の容器の場合は，
　急性毒性試験，細胞毒性試験，感作性試験，溶血性試験
2）皮膚又は粘膜に接触する製剤の容器の場合は，
　細胞毒性試験，感作性試験
3）液状内用薬の容器の場合は，
　細胞毒性試験

が必要である．

これらの試験は，国内外の医療用具・医用材料に関する最新の標準試験方法に従って実施する．以下に参考となる標準試験方法を例示する．

試験の選択

・医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン　前文
・ISO 10993-1：Biological evaluation of medical devices-Evaluation and testing

急性毒性試験

・ASTM F750-82：Standard practice for evaluating material extracts by systemic injection in the mice
・BS 5736：Part 3 Method of test for systemic toxicity; assessment of acute toxicity of extracts from medical devices
・USP XXⅣ<88>Biological reactivity tests, *in vivo*

細胞毒性試験

・医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン
　Ⅰ．細胞毒性試験　10．医療用具又は材料の抽出液を用いた細胞毒性試験
・ISO 10993-5：Biological evaluation of medical devices-Tests for cytotoxicity：*in vitro* methods
・USP XXⅣ<87>Biological reactivity tests, *in vitro*

溶血性試験

・医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン
　Ⅶ．溶血性試験
・ISO 10993-4：Biological evaluation of medical devices-Selection of tests for interaction with blood, Annex D
・ASTM F756-82：Standard practice for assessment of hemolytic properties of materials

感作性試験

・医療用具及び医用材料の基礎的な生物学的試験のガイドライン
　Ⅱ．感作性試験
・ISO 10993-10：Biological evaluation of medical devices-Tests for irritation and sensitization

管理単位ごとに保存すべき試験成績

製造段階においては，少なくとも以下の試験項目について規格値を設定し，プラスチック製医薬品容器の管理単位ごとに試験成績を保管すべきである．また，規格値の設定の根拠を示すことが望ましい．ただし，液状以外の内用剤には適用しない．

1）灰化試験：強熱残分，重金属．必要がある場合は特定の金属含量（鉛，カドミウムなど）
2）溶出物試験：pH，紫外吸収スペクトル，過マンガン酸カリウム還元性物質，泡立ち，蒸発残留物
3）細胞毒性試験
4）その他，必要な事項

25．分析法バリデーション

分析法バリデーションとは，医薬品の試験法に用いる分析法が，分析法を使用する意図に合致していること，すなわち，分析法の誤差が原因で生じる試験の判定の誤りの確率が許容でき

る程度であることを科学的に立証することである．分析法の能力は種々の分析能パラメーターにより表される．提案する分析法の分析能パラメーターが，試験法の規格値などを基にして設定する基準を満たしていることを実証することにより，分析法の妥当性を示すことができる．

本文に基づく分析法バリデーションは，日本薬局方に新たに収載する試験法を設定するとき，日本薬局方に収載されている試験法の改正を行うとき及び通則の規定に基づき日本薬局方に収載されている試験法に代わる試験法を設定するとき，これらの試験法で用いる分析法について行う．

分析法を日本薬局方に収載するために必要な資料

（1） 概要

分析法の原理の簡潔な説明，その分析法の必要性，他の分析法と比較したときの利点，バリデーションの要約などを記載する．分析法を改正する場合には，既存の分析法の限界及び新たに提案する分析法によりもたらされる利点も記載する．

（2） 分析法

分析法を正しく評価できるように，また，必要ならば追試を行って評価できるように，分析法を詳細に記載する．分析法には，分析の手順，標準試料の調製法，試薬・試液の調製法，留意事項，分析システムが正しく作動していることを検証する方法（例えば，クロマトグラフィーにおける分離効率の検証），分析結果を導くための式及び測定回数などが含まれる．また，日本薬局方に規定されていない装置又は器具を用いる場合には，それについても詳細に記載する．新たに標準品を規定する場合には，その物質の物理的，化学的又は生物学的な特性値を明らかにし，試験法を記載する．

（3） 分析法の妥当性を示す資料

分析法が妥当なものであることを立証する資料を示す．本資料は，分析能パラメーターを求めるための実験計画，実験データ，計算結果及び検定結果を含む．

分析能パラメーター（Validation characteristics）

分析法の妥当性を示すために評価が必要な典型的な分析能パラメーターの定義と評価方法の例を次に示す．

分析能パラメーターに関する用語と定義は，分析法を適用する分野により異なる．本文における用語と定義は，日本薬局方の目的に沿って一義的となるように定めたものである．評価方法の項では，分析能パラメーターを評価する方法の概略を示した．分析能パラメーターを決定する方法は，多数の方法が提唱されており，一般的に受け入れられている方法であれば，どのような方法を用いて分析能パラメーターを決定しても差し支えない．しかし，分析能パラメーターの値が決定方法に依存することもあるので，分析能パラメーターを求めるための実験方法，実験データ及び計算方法は，可能な限り詳しく記述することが必要である．

頑健性（Robustness）は，分析法バリデーションで検討する分析能パラメーターには含まれないが，分析法の開発段階で頑健性を検討することにより，分析法を改善し，検討結果を分析法の分析条件又は留意事項に反映させることができる．

（1） 真度（Accuracy/Trueness）

定義：真度とは，分析法で得られる測定値の偏りの程度のことで，真の値と測定値の総平均との差で表される．

評価方法：分析法の真度の推定値は，室内再現精度又は室間再現精度を求めるときに得られる測定値の総平均と真の値との差として表される．標準品の認証値又は合意された値を真の値とする．製剤の分析法の場合には，標準溶液の測定値を合意された真の値とする．

また，特異性の高い分析法であることを示すことにより，分析法の偏りが小さいことを推論できる．

得られた真度の推定値と室間（内）再現精度から計算される標準誤差の値から，真度の 95 % 信頼区間を計算する．この区間が 0 を含んでいることを確認するか，又は同区間の上限値及び下限値が分析法に要求される真度の基準の値の範囲内であることを確認する．

（2） 精度（Precision）

定義：精度とは，均質な検体から採取した複数の試料を繰り返し分析して得られる一連の測定値が，互いに一致する程度のことであり，測定値の分散，標準偏差又は相対標準偏差で表される．

精度は，繰り返し条件が異なる 3 つのレベルで表され，それぞれ，併行精度，室内再現精度及び室間再現精度という．

（i） 併行精度（Repeatability/Intra-assay precision）

併行精度とは，試験室，試験者，装置，器具及び試薬のロットなどの分析条件を変えずに，均質な検体から採取した複数の試料を短時間内に繰り返し分析するとき（併行条件）の精度である．

（ii） 室内再現精度（Intermediate precision）

室内再現精度とは，同一試験室内で，試験者，試験日時，装置，器具及び試薬のロットなどの一部又はすべての分析条件を変えて，均質な検体から採取した複数の試料を繰り返し分析するとき（室内再現条件）の精度である．

（iii） 室間再現精度（Reproducibility）

室間再現精度とは，試験室を変えて，均質な検体から採取した複数の試料を繰り返して分析するとき（室間再現条件）の精度である．

評価方法：はじめに，精度を検討するのに十分な量の均質な検体を確保する．溶液は均質な検体である．均質な検体が得られないときには，例えば，大量の製剤を均質とみなせるまで混合粉砕した検体，又は製剤の配合成分を均質とみなせるまで混合した検体を，均質な検体として用いる．

2 つ以上のレベルの精度を同時に評価するためには，一元配置などのような適当な実験計画法の下に実験を行うとよい．このとき，分析法の精度を正しく推定するために，十分な数の繰り返し数，分析条件の水準数及び試験室数を揃える．バリデートしようとする分析法で，考えられる可能な限りの分析の変動要因について検討する．

各レベルの精度の分散，標準偏差，相対標準偏差，分散の 90 % 信頼区間及びこれに対応する標準偏差の区間を示す．分析法に要求される精度の基準の値に照らし合わせ，分析法を採用してもよいことを示す．通例，室間（内）再現精度の値から分析法の採否を決定する．

（3） 特異性（Specificity）

定義：特異性とは，試料中に共存すると考えられる物質の存在下で，分析対象物を正確に測定する能力のことで，分析法の識別能力を表す．個々の分析法が特異性に欠ける場合には，別の試験法によりこれを補うこともできる．

評価方法：分析法を適用する試験法の目的に応じて，分析法が確実に分析対象物を確認できること，又は分析対象物の

量又は濃度を正確に測定できることを確認する．特異性は，例えば，分析対象物のみを含む試料，製剤の配合成分，類縁物質若しくは分解産物を含む検体に分析対象物を添加した試料及び分析対象物は含まず，製剤の配合成分，類縁物質若しくは分解産物のみを含む試料などの分析結果を比較することにより評価できる．不純物の標準品が得られない場合には，不純物を含有すると考えられる試料，例えば，経時変化した試料などを用いることもできる．

（4） 検出限界（Detection limit）

定義：検出限界とは，試料に含まれる分析対象物の検出可能な最低の量又は濃度のことである．検出限界では定量できるとは限らない．

評価方法：通例，検出限界における消費者及び生産者の危険率が 5 % 以下となるように検出限界を定める．検出限界は，ブランク試料又は検出限界付近の分析対象物を含む試料の測定値の標準偏差及び検出限界付近の検量線の傾きから算出される．例えば，検出限界は，測定値が正規分布し連続な場合には，検出限界付近の検量線の傾き及びブランク試料の測定値の標準偏差から，次式により求めることができる．

$$DL = 3.3\ \sigma/slope$$

DL：検出限界
σ：ブランク試料の測定値の標準偏差
slope：検出限界付近の検量線の傾き

クロマトグラフィーの場合には，測定値の標準偏差の代わりにノイズ・レベルを用いることができる．

分析法の検出限界が試験の規格値よりも小さいことを確認する．

（5） 定量限界（Quantitation limit）

定義：定量限界とは，試料に含まれる分析対象物の定量が可能な最低の量又は濃度のことである．定量限界の分析対象物を含む試料の測定値の精度は，通例，相対標準偏差で表して 10 % である．

評価方法：定量限界は，ブランク試料又は定量限界付近の分析対象物を含む試料の測定値の標準偏差及び定量限界付近の検量線の傾きから算出される．例えば，定量限界は，測定値が正規分布し連続な場合には，定量限界付近の検量線の傾き及びブランク試料の測定値の標準偏差から，次式により求めることができる．

$$QL = 10\ \sigma/slope$$

QL：定量限界
σ：ブランク試料の測定値の標準偏差
slope：定量限界付近の検量線の傾き

クロマトグラフィーの場合には，測定値の標準偏差の代わりにノイズ・レベルを用いることができる．

分析法の定量限界が試験の規格値よりも小さいことを確認する．

（6） 直線性（Linearity）

定義：直線性とは，分析対象物の量又は濃度に対して直線関係にある測定値を与える分析法の能力のことである．このとき，必要があれば，分析対象物の量，濃度又は測定値を正確に定義された数式により変換した値を用いてもよい．

評価方法：量（濃度）が異なる分析対象物を含有する試料を用意し，分析法に述べられている手順に従って各試料を繰り返し分析し，測定値を得る．回帰式及び相関係数から直線性を評価する．必要ならば，測定値の回帰式からの残差を分析対象物の量又は濃度に対してプロットし，特定の傾向が観察されないことを確認する．通例，5 種類の量（濃度）が異なる試料を用いる．

（7） 範囲（Range）

定義：分析法バリデーションにおける範囲とは，適切な精度及び真度を与える，分析対象物の下限及び上限の量又は濃度に挟まれた領域のことである．直線性のある分析法の場合には，適切な精度及び真度を与え，また，直線性が成り立つ分析対象物の下限及び上限の量又は濃度に挟まれた領域のことである．

評価方法：通例，分析法バリデーションにおける範囲は，試験の規格値 ±20 % 程度でよい．範囲の上限値，下限値及び範囲の中央付近の値の試料について，精度，真度及び直線性を検討する．

分析法を適用する試験法の分類

試験法は，その目的により以下に示すように大きく 3 つのタイプに分類することができる．各タイプの試験法に適用する分析法のバリデーションに，通例，要求される分析能パラメーターを表に示す．これは原則であり，評価が必要な分析能パラメーターは，分析法の特性や分析法を適用する試験法の目的に依存して変わる．

タイプⅠ　確認試験法．医薬品中の主成分などをその特性に基づいて確認するための試験法．

タイプⅡ　純度試験法．医薬品中に存在する不純物の量を測定するための試験法．

タイプⅢ　医薬品中の成分の量を測定するための試験法．（成分には，安定剤及び保存剤などの添加剤なども含まれる．）溶出試験法のように，有効性を測定する試験法．

表　試験法のタイプと検討が必要な分析能パラメーター

分析能パラメーター ＼ タイプ	タイプⅠ	タイプⅡ		タイプⅢ
		定量試験	限度試験	
真度	−	+	−	+
精度				
併行精度	−	+	−	+
室内再現精度	−	−*	−	−*
室間再現精度	−	+*	−	+*
特異性**	+	+	+	+
検出限界	−	−	+	−
定量限界	−	+	−	−
直線性	−	+	−	+
範囲	−	+	−	+

− 通例評価する必要がない．
+ 通例評価する必要がある．
* 分析法及び試験法が実施される状況に応じて，室内再現精度又は室間再現精度のうち一方の評価を行う．日本薬局方に採用される分析法のバリデーションでは，通例，後者を評価する．
** 特異性の低い分析法の場合には，関連する他の分析法により補うこともできる．

分析法バリデーションで用いられる用語

頑健性（Robustness）

頑健性とは，分析条件を小さい範囲で故意に変化させるときに，測定値が影響されにくい能力のことである．反応液の pH，反応の温度，反応時間又は試薬の量などの分析条件を適当な範囲で変化させ，測定値の安定性を検討する．測定値が分析条件に対して不安定な場合には，安定な測定値が得られるように分析法に改良を加える．また，頑健性の結果は，最終的な分析法において分析条件を示す数値の有効数字又は留意事項として反映させる．

試験室

試験室とは，試験を行う部屋，施設を意味する．本分析法バリデーションでは，試験室を変えるということは，試験者，装置及び試薬ロットなどの分析条件が変化することを意味する．

試験法

試験法とは，一般試験法及び医薬品各条における試験方法，例えば，純度試験，定量法などを意味する．試験法には，試料の採取方法，規格値，分析法などが含まれる．

生産者危険

規格を満たしている製品が，試験を行うことにより，誤って不合格と判断される確率のこと．通例，α で表す．第 1 種の過誤とも言い，限度試験の場合には偽陽性率に相当する．

消費者危険

規格外の製品が，試験を行うことにより，誤って合格と判断される確率のこと．通例，β で表す．第 2 種の過誤とも言い，限度試験の場合には偽陰性率に相当する．

測定回数

分析法の手順の中に含まれる回数．分析法の精度を上げるために，分析法の中であらかじめ測定回数を 2 回以上に指定することがある．分析法バリデーションでは，分析法の中で定められた測定回数も含めた分析法を評価する．

分析法の精度を評価するために繰り返し分析を行うときの繰り返し数とは別のものである．

測定値

1 回の分析により得られる 1 個の値．

分析法

本文が対象としている分析法は，試料中に存在する分析対象物の量又は濃度に依存する測定値を与える分析法及び確認試験に用いられる分析法である．本文における分析法とは，試験法の分析過程を意味する．

26. 粉体の流動性

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

粉体の流動性を評価するために，一般には四つの測定法又は試験法，すなわち，（1）安息角測定法，（2）圧縮度及び Hausner 比測定法，（3）オリフィスからの流出速度測定法，及び（4）せん断セル試験が汎用されている．また，これらの基本的測定法に関して多数の変法が用いられている．

いかなる粉体の流動性測定法であっても，実用的かつ有用であり，更に再現性があって感度が良く，意味のある結果が得られなければならない．しかしながら，ある一つの簡便な流動性測定法が広範囲な流動性を適切に若しくは完全に評価できるというものではない．製剤研究者や技術者の必要性に応じて，種々の見地から粉体の流動性を評価するために，複数の標準化された試験法をうまく利用することが適切な評価につながる．

1. 安息角測定法

安息角は，測定法のいかんにかかわらず，形成される堆積体が円すい状であると仮定した際の水平面に対する角度である．

安息角測定法は粉体の流動性を評価するために，いくつかの科学分野で用いられている．安息角は粒子間摩擦，又は粒子間の運動に対する抵抗に関係する特性値である．安息角の試験結果は，測定法に大きく依存する．本測定法では円すい形成時の試料の分離・偏析や，粉体の圧密又はエアレーションのために，実験上に困難を生じる．

1.1 基本的測定法

多数の安息角測定法が提案されているが，静的安息角を測定するための最も一般的な方法は，2 つの重要な実験的変数の扱いにより次のように分類される．

（1） 粉体を流下させる漏斗の高さを基底板に対して固定しておくか，又は堆積体が形成されるにつれて漏斗の高さを変える．

（2） 堆積体が形成される基底板の直径を一定とする（すなわち，堆積体の直径は既知である）か，又は堆積体の形成に応じて基底板の直径を変える．

1.2 基本的測定法の変法

前項の基本的測定法に加えて，以下のような変法が用いられている．

- 排出安息角：一定の直径をもつ円板上にある過剰量の試料を容器から排出させることによって測定する．円板上に形成された円錐から，排出安息角を測定する．
- 動的安息角：円筒（片面が透明で平らな面をもつ）内に粉体を入れ，これを一定速度で回転させる．動的安息角は円筒内で流動している粉体層の斜面が水平面との間で形成する角度として測定される．内部運動摩擦角は粉体の最上層を流下する粒子と円筒（粗い表面仕上げにされている）と一緒に回転している粒子を分離している面によって定義される．

1.3 安息角に関する流動性の一般的尺度

安息角を用いて粉体の流動性を定性的に説明する際に，Carr[1] による分類（表 1）は有用である．処方設計において 40 ～ 50° の安息角をもつ試料であっても，良好な結果が得られることはあるが，安息角が 50° を超えると，製造に適さないことが多い．

表 1 流動特性と対応する安息角[1]

流動性の程度	安息角（°）
極めて良好	25 ～ 30
良好	31 ～ 35
やや良好	36 ～ 40
普通	41 ～ 45
やや不良	46 ～ 55
不良	56 ～ 65
極めて不良	＞ 66

1.4 測定に関して留意すべき点

安息角は個々の粉体に固有な物性値ではない．すなわち，粉体の円すいを形成させるために用いた方法に大きく依存する．この点に関して，次のような重要な点が挙げられる．

・上方から落下してくる粉体の衝撃によって円すいの頂点がゆがむ．円すいを注意深く形成させることによって，衝撃によるゆがみは軽減される．

・円すいが形成される円板の性質が安息角に影響する．粉体層の上に円すいを形成させることができる「共通の基底部」を用いて円すいを形成させるのがよい．これは，円すいを形成させる粉体層を保持するための外縁部を持つ円板を用いることによって可能となる．

1.5 推奨される測定手順

粉体層を保持するための保持縁を持つ固定された円板上に安息角を形成させる．円板は振動しないようにする．対称性のある円すいを注意深く形成させるために，円すいの高さに応じて漏斗の高さを変えるのがよい．この場合，漏斗が動くので，振動しないように注意する．円すいの先端部に落下する粉体の衝撃を最小限にするために，漏斗脚部下端の高さは堆積体の頂点から約 2～4 cm の位置に保つ．対称性のある円すいを首尾よく又は再現性よく形成させることができない場合には，本法は適切ではない．円すいの高さを測定することによって，次式から安息角 α を求める．

$$\tan\alpha = \text{高さ} / (0.5 \times \text{円板の直径})$$

2. 圧縮度及び Hausner 比測定法

最近，圧縮度（Compressibility Index）とこれに密接に関係する Hausner 比の測定法が粉体の流動特性を予測するための簡便で，迅速かつ一般的な方法となってきている．粉体のかさ密度，粒子径や粒子形状，表面積，含水率，付着性のすべてが測定した圧縮度に影響するので，圧縮度はこれらの粉体物性の総合的な尺度とされている．圧縮度と Hausner 比は粉体のかさ体積とタップ後のかさ体積を測定することによって求められる．

2.1 基本的測定法

圧縮度と Hausner 比の測定法にはいくつかの方法があるが，基本的な手順は，粉体の（1）疎充てん時のかさ体積 V_0 及び（2）これ以上のかさ体積変化が生じなくなるまで試料をタップした後の最終かさ体積 V_f を測定することである．圧縮度（%）と Hausner 比は次式によって求められる．

$$\text{圧縮度} = 100 \times (V_0 - V_f) / V_0$$
$$\text{Hausner 比} = V_0 / V_f$$

圧縮度（%）と Hausner 比は，疎充てん時のかさ密度（ρ_B）とタップ密度（ρ_T）の測定値を用いて，次式により求めることもできる．

$$\text{圧縮度} = 100 \times (\rho_T - \rho_B) / \rho_T$$
$$\text{Hausner 比} = \rho_T / \rho_B$$

これらの変法として，タップ中に生じるかさ体積変化に代わって，圧密率が測定されることもある．圧縮度（%）と Hausner 比を用いて，表 2 に示された流動性の尺度が一般的に認められている．

表 2 流動性の尺度[1)]

圧縮度（%）	流動性の程度	Hausner 比
≦ 10	極めて良好	1.00 ～ 1.11
11 ～ 15	良好	1.12 ～ 1.18
16 ～ 20	やや良好	1.19 ～ 1.25
21 ～ 25	普通	1.26 ～ 1.34
26 ～ 31	やや不良	1.35 ～ 1.45
32 ～ 37	不良	1.46 ～ 1.59
◆ ≧ 38◆	極めて不良	＞ 1.60

2.2 測定に関して留意すべき点

圧縮度（%）と Hausner 比は個々の粉体に固有な特性値ではない．すなわち，これらは用いた測定法に依存する．（1）疎充てん時のかさ体積 V_0，（2）最終かさ体積 V_f，（3）疎充てん時のかさ密度 ρ_B，及び（4）タップ密度 ρ_T の測定に影響する，次のようないくつかの重要な点が指摘されている．

・用いたメスシリンダーの直径

・タップ密度を得るための粉体のタップ回数

・試験に用いた粉体の質量

・タップ中のメスシリンダー内における粉体試料の回転

2.3 推奨される測定手順

100 g の試料を用いて 250 mL のメスシリンダーによって行う．これより少量であってもよいが，用いた試料量及びメスシリンダーの容積を結果と共に記載しておく．3 回の測定値の平均を用いることが望ましい．

3. オリフィスからの流出速度測定法

粉体の流出速度は多くの因子に依存するが，そのうちのいくつかは粒子自体の特性に関係しており，また他のいくつかは測定法に関係する．オリフィスからの粉体の流出速度は，粉体の流動性のより有効な尺度であるとされてきた．ここで特に重要なことは，自由流動性のある試料であっても脈動型の流動パターンが観察されるので，流出を連続的にモニターすることが有用であるということである．また，容器が空になる際も流出速度の変化がみられる．これまでにオリフィス径，粒子径及び粒子密度に対する流出速度に関係するいくつかの実験式が提案されているが，オリフィスからの流出速度の測定は，自由流動性のある粉体に関してのみ有用である．

オリフィスからの流出速度は，一般には多種類の容器（円筒状容器，ファネル，ホッパー）のいずれにおいても，これらから流出する試料の単位時間当たりの質量として測定される．流出速度の測定は間歇的又は連続的に行うことができる．

3.1 基本的測定法

オリフィスからの流出速度を測定する際に最も共通する問題点は，三つの重要な実験的変数に基づいて次のように分類できる．

（1） 粉体を入れた容器の種類．一般的な容器は円筒状容器，ファネル又はホッパーである．

（2） 用いたオリフィスの大きさと形状．オリフィス径とその形状は，粉体の流出速度を測定する際の重要な因子である．

（3） 流出速度の測定法．流出速度は，ある種の記録装置が付属した電子天秤を用いて連続的に測定することができる．また，流出速度は，不連続な試料についても個別的に測定することができる（例えば，100 g の粉体がオリフィスを通過するのに要する 0.1 秒単位までの時間，又は 10 秒間にオリフィスを

通過する 0.1 g 単位までの粉体の質量).

3.2 基本的測定法の変法

質量基準又はかさ体積基準のいずれの流出速度も測定することができる．質量基準速度の方が測定しやすいが，錠剤機の臼中への粉体の充てんはかさ体積基準であるので，この場合にはかさ体積基準の流出速度を測定することが望ましい．高密度の試料では大きな測定値を与える．

3.3 オリフィスからの流出速度に関する流動性の一般的尺度

流出速度は用いた測定法に極めて大きく依存するので，一般的な尺度はない．

3.4 測定に関して留意すべき点

オリフィスからの流出速度は，個々の粉体に固有な物性値ではない．これは用いた方法に極めて大きく依存する．これらの方法に影響する，次のようないくつかの重要な問題点が指摘されている．

・オリフィス径と形状
・容器の材質（金属，ガラス，プラスチック）
・容器内での粉体層の直径と高さ

3.5 推奨される測定手順

オリフィスからの流出速度測定は，ある程度の流動性を持つ粉体のみに用いることができる．したがって，付着性粉体には用いることができない．粉体層の高さがオリフィス径より十分に大きければ，流出速度は実質的には粉体層の高さには関係しない．円筒状容器は流出にほとんど影響しないので，容器としてこれを用いる．

粉体層の高さが円筒状容器の直径の 2 倍未満の場合には，粉体の流出速度はしばしば増加する．オリフィスの形状は円形とし，円筒状容器は防振状態とする．円筒状容器の寸法に関する一般的な指標は次のとおりである．

・オリフィス径＞粒子径の 6 倍
・円筒状容器の直径＞オリフィス径の 2 倍

容器としてホッパーを用いるのは適切であり，製造に際しての流出をよく表している．また，ファネル，特に軸管を持つものについては，流出速度は軸管と粉体間の摩擦と同様に，軸管の直径と長さによって決まるので，これを用いるのは得策ではない．円すいの先端を切断したものもよいが，流出は粉体 − 壁面間の摩擦係数に影響されるので，適切な材質を選択することが重要である．

円筒状容器内のオリフィスについては，粉体層内での流動パターンをより確実にするために，口径を変えられるような機能を持つ平面状の底板を用いる．流出速度は間歇的又は連続的に測定できる．電子天秤を用いた連続測定は，流出速度の変動をより効果的に検出することができる．

4. せん断セル法

粉体の流動性をより完全かつ正確に定義した評価ができる種々の粉体せん断試験器や方法が開発されている．せん断セル法は医薬品粉体の研究において広範囲に用いられている．本法によれば，せん断応力 − せん断ひずみの関係を表す破壊包絡線，内部摩擦角，非限界降伏力，引っ張り強度，フローファクターや，その他の流動性指数のような種々の 2 次的パラメーターを含む広範囲なパラメーターが得られる．また，本法では実験上のパラメーターをより正確にコントロールすることができるので，流動特性は圧密荷重，時間，その他の環境条件の関数として測定することもできる．

4.1 基本的測定法

せん断セルの第 1 のタイプは，せん断セルリングの下部の固定部分と上部の可動部分との間でせん断面を形成させて，水平方向に引っ張り破断する円筒型せん断セルである．この方法では，所定の手順に従ってせん断セル内の粉体層を圧密した後，上部リングを移動させることによって粉体層をせん断するのに要する力を測定する．一方，第 2 のタイプである環状型せん断セルは試料量が少なくて済むなど，円筒型せん断セルを上回るいくつかの利点がある．しかし，設計上，リングの内壁面近くにある試料の方がそれより内側の部分にある試料より多くせん断されるので，粉体層が均一にせん断されないという欠点がある．第 3 のタイプのせん断セル（平板型）は，下部の固定した粗な面と上部の粗な可動面との間で薄いサンドイッチ状の粉体層を形成している．

いずれのせん断セル法も利点と欠点を持っているが，一般にせん断セル法の大きな利点は，実験的により制御しやすいことである．しかし，本法は一般に測定に際して長時間を要し，また多量の試料と熟練が必要である．

4.2 推奨される事項

本法では利用できる装置や実験操作は多種多様であるので，特に標準的な方法はない．せん断セル法を用いた流動性の評価の結果には，用いた装置と方法をすべて記載しておく．

文 献

1) Carr, R.L.：Evaluating flow properties of solids. *Chem. Eng.*, 72：163–168（1965）.

27. ペプチドマップ法

本試験法は，三薬局方での調和合意に基づき規定した試験法である．

目的と範囲

ペプチドマップ法はたん白質医薬品，特にバイオテクノロジー応用医薬品の確認試験の一方法である．本法はたん白質を化学的又は酵素的に処理してペプチド断片とし，その断片を再現性よく分離確認するもので，相補的 DNA 配列の読み違え若しくは点変異などによって生じる 1 個のアミノ酸の変化をも確認できる試験法である．標準品/標準物質について同様に処理したものと比較することで，たん白質の一次構造の確認，構造上の変化の有無の検出，製造工程の恒常性及び遺伝子安定性の評価を行うことが可能である．たん白質はそれぞれ固有の特性を有しており，化学的，分析学的アプローチによって十分に特異性のあるペプチドマップが可能になるように，当該たん白質の特性についてよく理解しておかなければならない．

ここでは，目的たん白質の特性解析，組換えたん白質生産のための遺伝子発現構成体の安定性及び製造工程全体の恒常性の評価，たん白質の同一性や安定性の評価，若しくはたん白質の変異の検出を目的として，本法を適用する際の手引きを記す．

ペプチドマップ

ペプチドマップ法にはどのようなたん白質にも適用可能な一般的な操作法はない．しかし，個々のたん白質に応じた特異的なマップの設定は可能である．ペプチドマップに関する解析技術は現在でも急速に進歩しつつあるが，広く認められている常法がいくつか存在する．各条においては，目的に応じてこれら

の方法の変法が規定されることもある．

ペプチドマップはたん白質の指紋（フィンガープリント）とみなすことができ，酵素的又は化学的処理を受けた結果生成した最終分解産物であり，当該たん白質に関する包括的な情報を与える．本法は以下の主な 4 段階の操作からなる：たん白質が製剤成分の一部である場合には分離精製；ペプチド結合の選択的切断；得られたペプチドのクロマトグラフィーによる分離；各ペプチドの分析と確認．試料は標準品/標準物質と同様に消化，分析する．化学的な切断剤に比べてエンドプロテアーゼ（例えばトリプシン）のような酵素を用いればより完全な切断が可能である．ペプチドマップはたん白質を識別するのに十分な種類のペプチド断片を得るべきである．断片の数が多すぎると多くのたん白質が類似したプロフィールを示してしまい，かえってその特異性が失われる場合もある．

分離と精製

たん白質の分離及び精製は，試験を妨害する添加剤やたん白質性賦形剤を含む原薬及び製剤を分析する場合に必要であり，必要に応じて各条で規定する．製剤からたん白質を分離・精製した場合は回収率の定量性を検証しておく必要がある．

ペプチド結合の選択的切断

ペプチド結合を切断する手段はたん白質試料の種類により異なる．用いる切断剤は切断のタイプ（酵素的又は化学的），及びそれぞれのタイプに存在する切断剤の種類に応じて選択される．いくつかの切断剤とその特異性を表 1 に示す．この表は，切断剤すべてを網羅しているということではなく，他の切断剤が適切と認められたときには追加される．

表 1　切断剤の例

種類	試薬	特異性
酵素法	トリプシン（EC 3.4.21.4）	アルギニン，リジンの C 末端側
	キモトリプシン（EC 3.4.21.1）	疎水性アミノ酸(ロイシン，メチオニン，アラニン，芳香族アミノ酸）の C 末端側
	ペプシン（EC 3.4.23.1 & 2）	非特異的消化
	リジルエンドペプチダーゼ（Lys–C エンドペプチダーゼ）（EC 3.4.21.50）	リジンの C 末端側
	グルタミルエンドペプチダーゼ（*S. aureus* 株 V8 由来）（EC 3.4.21.19）	グルタミン酸，アスパラギン酸の C 末端側
	ペプチジル–Asp メタロエンドペプチダーゼ（エンドプロテアーゼ　Asp–N）（EC 3.4.24.33）	アスパラギン酸の N 末端側
	クロストリパイン（EC 3.4.22.8）	アルギニンの C 末端側
化学法	臭化シアン	メチオニンの C 末端側
	2–ニトロ–5–チオシアノ安息香酸	システインの N 末端側
	o–ヨードソ安息香酸	トリプトファン，チロシンの C 末端側
	希酸	アスパラギン酸，プロリン
	BNPS–スカトール	トリプトファン

試料の前処理　たん白質の大きさや形状によっては特別な前処理を行う必要がある．モノクローナル抗体についてはあらかじめ H 鎖と L 鎖に分離する必要があろう．分子量が 100000 ダルトン以上のたん白質の切断剤としてトリプシンを用いる場合には，リジン残基をあらかじめシトラコニル化若しくはマレイル化しておかないと多種類のペプチド断片が生成してしまう．

切断剤の前処理　特に酵素系の切断剤については，マップの再現性を維持するために精製を目的とした前処理を行う必要がある場合がある．例えばトリプシンを用いる際には，混在するキモトリプシンを不活化するためにトシル–L–フェニルアラニンクロロメチルケトンで処理する必要がある．高速液体クロマトグラフィー（HPLC）によるトリプシンの精製，若しくはゲル支持体上への酵素の固定化などの方法も，たん白質試料が少量の場合に効果的である．

たん白質の前処理　試料濃度が低い場合など試料の濃縮が必要な場合があり，また製剤の処方に用いる添加剤や安定化剤がマッピングの操作を妨害する場合，妨害物質をたん白質から分離する操作が必要な場合がある．前処理に用いる物理的方法として限外ろ過，カラムクロマトグラフィー，凍結乾燥が挙げられる．また，酵素がたん白質の切断部位に接近できるようにするため，たん白質の折りたたみ構造を解きほぐく目的で，例えば変性剤（例えば尿素）を添加したり，あらかじめジスルフィド結合を還元し，アルキル化することがしばしば必要となる．

トリプシンを用いる場合に，非特異的切断，脱アミド化，ジスルフィド結合の異性化，メチオニン残基の酸化，ペプチドの N 末端グルタミンの脱アミド化によるピログルタミル基の生成，などの酵素反応中に起こる副反応によりマップが不明瞭になることがある．更に，トリプシンの自己消化によりピークが生じることもあるが，自己消化に起因するピークのピーク強度（ピーク面積又はピーク高さ）は用いるトリプシンと試料たん白質の比率に依存する．酵素の自己加水分解を避けるには，酵素が活性を示さないように，至適 pH とは異なる pH（例えばトリプシンでは pH 5）で酵素溶液を調製し，使用時に切断反応に用いる緩衝液で更に希釈調製するとよい．

至適消化条件の設定　たん白質の消化の程度と効率に影響を及ぼす因子は，化学的又は酵素的切断に影響する因子そのものである．

pH　消化反応液の pH は用いる切断剤が働くのに最適と考えられる値に調整する．例えば，臭化シアンを切断剤に用いる場合は，強酸性条件（pH 2，ギ酸）が必要であるが，トリプシンを用いる場合は弱アルカリ条件（pH 8）が最適である．一般に，反応液の pH は，反応中に試料たん白質の化学的特性を変化させるものであってはならないし，切断反応の過程で変動してはならない．

温度　ほとんどの切断反応は 25 ～ 37 ℃ が適当であるが，副化学反応が最も少ない反応温度を選択する．反応温度が上昇するとたん白質によっては変性を受けやすいものもあるので，反応液の温度はたん白質の種類によって決定する必要がある．例えば，組換えウシソマトロピンは高温では消化反応中に沈殿するため，消化は 4 ℃ で行う．

反応時間　十分な量の試料たん白質が入手可能な場合には，再現性のあるマップを得るため，かつ不完全な消化を避けるため，至適反応時間を検討する．消化の時間を 2 ～ 30 時間の間で変化させ，例えばトリプシン処理の場合は，生じたマップを妨害しない酸の添加か凍結により反応を止める．

切断剤の量　反応時間を適度に短く（すなわち 6 ～ 20 時間）するために，通常は過剰量の切断剤を用いるが，マップの

クロマトグラムパターンへの影響を避けるために，切断剤の使用は最少量に留める．たん白質とプロテアーゼの比率は 20：1 から 200：1 が一般的である．切断剤は最適な切断を得るため 2 回又はそれ以上の回数に分けて加えることもある．ただし，最終反応液量はペプチドマップ法におけるその後の操作（分離操作）を容易にするため，できるだけ小さくする．後の分析に障害となる分解生成物を区別するために，試料たん白質以外のすべての使用試薬を用いて空試験を行う．

クロマトグラフィーによる分離

多くの方法がマッピングにおけるペプチド分離に利用される．分離法は試験するたん白質に応じて選択する．ペプチドの分離に利用される効果的な方法を表 2 に示す．ここでは最も広く用いられている逆相分配型高速液体クロマトグラフィー（RP–HPLC）をクロマトグラフィーによる分離手法の例として示す．

表 2　ペプチドの分離方法

逆相分配型高速液体クロマトグラフィー （RP–HPLC）
イオン交換クロマトグラフィー （IEC）
疎水的相互作用クロマトグラフィー （HIC）
ポリアクリルアミドゲル電気泳動 （PAGE），非変性
SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動 （SDS–PAGE）
キャピラリー電気泳動 （CE）
高圧ろ紙クロマトグラフィー （PCHV）
高電圧ろ紙電気泳動 （HVPE）

溶媒や移動相の純度は HPLC による分離において極めて重要な因子である．RP–HPLC では入手可能な市販の HPLC 用溶媒や水が推奨される．グラジエント法を用いて分離する場合，単一溶媒より混合溶媒において溶存ガスの溶解性が低いと，ガスが気化し問題を生じる場合がある．このような場合は，減圧や超音波による撹拌が溶存ガスを除去する有効な操作法として汎用される．溶媒中の固形物が HPLC 系に入ると，ポンプのバルブシールの損傷，分離用カラムの先端の詰まりの原因になる．ポンプの前及び後のろ過も推奨される．

分離用カラム　分離用カラムは個々のたん白質に応じて経験に基づき選択する．孔径 10 nm 又は 30 nm のシリカ担体のカラムが分離に適している．小さなペプチドの分離には，直径 3 ～ 10 μm の全多孔性シリカ粒子にオクチルシランが化学的に結合した充てん剤又は直径 3 ～ 10 μm の多孔性シリカ粒子又はセラミックの微粒子にオクタデシルシランが化学的に結合した充てん剤は，直径 5 ～ 10 μm の全多孔性シリカ粒子にブチルシランが化学的に結合した充てん剤より有効である．

溶媒　最も一般的に用いられる溶媒は水とアセトニトリルの混液に 0.1 % 未満のトリフルオロ酢酸を加えた溶液である．粘度が過度に上昇しない限り，必要に応じてペプチドの溶解性を高めるために 2–プロパノール又は 1–プロパノールを加えてもよい．

移動相　pH を 3.0 ～ 5.0 の範囲で変えることにより，酸性アミノ酸残基（例えばグルタミン酸及びアスパラギン酸）を含むペプチドの分離を改善できるので，pH の選択において適応範囲の広いリン酸塩緩衝液が移動相によく用いられる．リン酸ナトリウム，リン酸カリウム，酢酸アンモニウム，リン酸の pH 2 ～ 7（ポリマー担体のカラム充てん剤ではそれ以上の pH でも使用できる）の溶液もアセトニトリルによるグラジエント法と組み合わせて用いられる．トリフルオロ酢酸を含むアセトニトリルも非常によく使用される．

グラジエント法の選択　直線，非直線若しくは段階的グラジエントを用いることができる．複雑な混合物を分離するには濃度勾配の緩やかなグラジエントが推奨される．マーカーピークとなる 1 ～ 2 個のピークを明確に分離するのに最適なグラジエントを選択する．

アイソクラティック法の選択　単一の移動相を用いるアイソクラティック HPLC システムは，簡便でありかつ検出器の感度の向上が期待できるためによく用いられる．ピーク一つ一つについて明瞭な分離を得るように移動相の組成を決めることは，時として困難なことがある．移動相の組成比や pH のわずかな変化がペプチドマップのピークの保持時間に大きく影響するような移動相は，アイソクラティック HPLC システムでは用いてはならない．

その他のパラメーター　良好な再現性を得るためには，通常カラムの温度を制御する必要がある．移動相の流速は毎分 0.1 ～ 2.0 mL，ペプチドの検出は UV 検出器を用いて 200 ～ 230 nm の測定波長で行う．その他の検出法も利用されている（例えば，ポストカラム誘導体化法）が，UV 検出法より頑健性の点で劣り，また適用範囲も狭い．

システム適合性　この項には試験法の全体にわたる性能を評価する方法を記述する．システム適合性の判定基準は，得られるデータの解釈と適否の決定に影響を及ぼす重要な試験パラメーターの特定に基づく．これらの重要なパラメーターはペプチドの消化とペプチド断片の分析をモニターする基準でもある．試料と全く同一に処理した標準品/標準物質との比較は，消化反応の終了を知る指標になる．システム適合性の判定基準を設定するために，試料と併行して標準品/標準物質を使用することが重要である．更に，比較のために標準品/標準物質から得たクロマトグラムの実例を付けるべきである．その他の指標として，目視によるたん白質又はペプチドの溶解性の検査，未切断たん白質が存在しないことの確認，消化の程度に依存して生成するペプチド断片の測定などがある．ペプチド分析のシステム適合性として重要なパラメーターは，ペプチドの分離方法及び検出方法並びにデータ解析に関する要求に依存する．

ペプチドマップ法を確認試験として用いる場合，システム適合性として選択性及び精度が重要である．たん白質の同一性の確認試験においては，変異たん白質の存在の確認の場合と同様に，試料たん白質のペプチドマップのペプチド断片を標準品/標準物質のペプチドマップのそれと比較することにより，既知の一次構造との一致を証明したり，変異たん白質の存在を確認する．ペプチドの分離度を測定するためには，試料たん白質の代わりに標準品/標準物質の消化物を利用することができる．変異たん白質の検討には，変異を生じたペプチド部分が特にマップ上で分離が不十分な領域に存在する場合，変異たん白質と標準品/標準物質との一定混合物の比較分析が有効である．パターンの一致度の指標としては，検出される主要ペプチド断片の数が用いられる．各ペプチド断片のパターンの一致度はペプチド断片のピークの分離度から最もよく判定できる．クロマトグラフィーで使用される各種のパラメーター（例えばピーク間の分離度，ピークの最大幅，ピーク面積，テーリングファクター，カラム効率）がペプチドの分離度の決定に利用できる．試験するたん白質及び用いる分離法によっては，一つ又は複数のペプチドの分離を適合性の条件としてもよい．

標準品/標準物質の消化物について試料と同一の条件で繰り返し分析することによって，試験精度の基準値が得られると共にペプチドの回収率を求めることができる．一般に試料たん白質のペプチド断片の回収率は，内標準物質又は外標準物質として添加したペプチドを用いて得られる．精度は相対標準偏差（RSD）で表される．回収率や精度は常に一定ではないので，システム適合性ではその両者についての限度値を設定しなければならない．これらの限度値は，試料たん白質に特有なものであり，各条ごとに規定されることになる．

判定方法　まず，相対保持時間，ピーク強度，ピークの数，全体の溶出パターンなどを視覚的に比較する．次に，ピーク強度比の数学的分析，更に試料の消化物及び標準品/標準物質の消化物の 1∶1（v/v）混合液のクロマトグラムのプロフィールを比較して，一致することを確認する．試料と標準品/標準物質のそれぞれの消化物のすべてのピークが同じ相対保持時間及び同じピーク強度比を示すことにより，試料と標準品/標準物質との同一性が確認される．

試料と標準品/標準物質との間で明らかに異なる相対保持時間を示したピークが，上記の 1∶1 混合液では単一ピークとしてみられた場合は，システムの変動性を示している．1∶1 混合液でピークが分離するときは，それぞれのピークのペプチド断片が同一ではないことの証拠となる．1∶1 混合液中のあるピークが，試料及び標準品/標準物質消化液中のそれに相当するピークに比べ明らかにブロードならば，異なるペプチドの存在を示している可能性がある．ペプチドマップ分析のためのコンピューター用パターン認識ソフトウェアの利用が提案され，適用されているが，ソフトウェアの検証に問題があり，当面は公定法として採用することはできない．その他，計算式，数学的モデル，又はパターン認識による自動化の試みが既に行われている．例えば，赤外吸収スペクトルやダイオードアレイ UV スペクトルによるペプチドの確認の自動化が挙げられる．しかしこれらの方法には，分解能が不十分な場合，ペプチド断片間の分離が不完全な場合，若しくは標準品/標準物質と試料の消化断片間にピーク強度に差がある場合において，限界が存在する．

ペプチドマップにおいて正確に同定された特定のピークについては，ピークの保持時間とピーク面積又はピーク高さに関して数値を比較することができる．ピーク面積は，ピーク面積積分法がベースラインの変動の影響を受けやすく誤差を生じやすいことさえ考慮すれば，変動の比較的小さいピークを内標準として利用して計算することができる．代わりに，試料のすべてのペプチド断片のピーク高さの合計に対する各ピーク高さの比率を算出し，標準品/標準物質で得られる該当ピークの比率と比較することもできる．トリプシンの自己消化の可能性はブランクのペプチドマップ，すなわちブランクの溶液をトリプシン処理した際得られるペプチドマップから確認できる．

ペプチドマッピング法の適格性を示すために最低限必要な要件は，試験条件の管理のためのシステム適合性試験を含む試験法が設定され，その適格性が証明されていることである．一般的には開発の初期段階においては，たん白質のペプチドマッピングの適格性を示すことのみで十分である．しかし，たん白質性医薬品の開発を進め，規制当局へ承認申請するためには，当該たん白質について意図したとおりにペプチドマップを得ることができることを保証するような，試験操作に関する検証を含めた方法の妥当性に関する追加的資料が必要な場合もある．

ペプチドの分析と確認

この項は，規制当局へ承認申請を行うために医薬品の開発途上においてペプチドマッピングを用いる上での手引きである．

ペプチドマップを定性試験の手段として利用する場合には，個々のペプチドピークを完全に解析する必要はない．しかし，規制当局に承認申請する場合に必要なペプチドマップ法の検証には，個々のペプチドピークについて厳密な確認が必要である．ピークについての確認方法には，各ピークの N 末端アミノ酸配列分析とアミノ酸組成分析の組み合わせによる方法から質量分析法（MS）まで様々である．

N 末端アミノ酸配列分析法とアミノ酸組成分析法の組み合わせを解析に利用する場合には，ペプチドの分離スケールを上げる．スケールアップは時としてペプチドピークの分離能に影響を及ぼすので，その際分離度が低下しないことを実験的に確かめておく必要がある．特定のペプチドのピークに相当する画分を分取し，減圧濃縮し，必要ならば再度クロマトグラフィーで分離する．ペプチド断片のアミノ酸分析はペプチドの大きさによって制限を受ける．N 末端がブロックされている場合にはアミノ酸配列分析を始める前にその除去が必要となる．カルボキシペプチダーゼ処理とMALDITOF（Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization Time of Flight）-MS（マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析法）による検出を組み合わせた C 末端アミノ酸配列分析法も各ピークの解析のために利用できる．

質量分析法によるアミノ酸配列分析では，分離したペプチドを直接測定装置に導入するか，又はオンライン液体クロマトグラフィー/質量分析法（LC-MS）を利用して構造を分析する．一般にエレクトロスプレー質量分析法，MALDITOF 質量分析法や FAB（Fast Atom Bombardment）イオン化質量分析法が利用される．修飾たん白質のアミノ酸配列や修飾アミノ酸の決定には，タンデム質量分析法（MS/MS）も利用されている．

たん白質試料の還元前後における消化物のマススペクトルを比較することにより，ジスルフィド結合の形成にあずかるチオール基を含むペプチドのジスルフィド結合を同定することができる．

ペプチドマップで一次構造が明確に証明できない部分がある場合には，更に詳細なペプチドマップが必要な場合もある．ペプチドマップ法によってたん白質の一次構造を解析する場合，理論たん白質構造と少なくとも 95 % が一致することを目標とする．

28. 保存効力試験法

保存効力試験法は，多回投与容器中に充てんされた製剤自体又は製剤に添加された保存剤の効力を微生物学的に評価する方法である．製剤に試験の対象となる菌種を強制的に接種，混合し，経時的に試験菌の消長を追跡することにより，保存効力を評価する．

なお，医薬品 GMP に対応するために，又は単に生菌数を抑制する目的のためだけに，保存剤を使用してはならない．保存剤は，それ自体毒性のある物質でもある．それゆえ，ヒトへ

の安全性に影響を及ぼすような量を製剤に添加してはならず，保存剤の添加量を可能な限り少なくする配慮が必要である．本試験は，一般に製剤の処方設計段階や定期的な保存効力の検証などに適用され，ロットの出荷判定試験としては行わないが，最終容器に詰められた製剤中の保存剤の効果は，製剤の有効期間にわたって検証しなければならない．

1．製剤とそのカテゴリー

本試験を行うために，製剤を 2 つのカテゴリーに分類する．カテゴリーⅠは水溶性の基剤又は溶剤を用いて作られたもの，カテゴリーⅡは非水溶性の基剤又は溶剤を用いて作られたものである．なお，水中油型基剤を用いて作られたものはカテゴリーⅠに，油中水型基剤を用いて作られたものはカテゴリーⅡに含まれる．

カテゴリーⅠは，剤形によって 3 群に細分類する．

カテゴリーⅠA：注射剤及び無菌の非経口剤．

カテゴリーⅠB：非無菌の非経口剤．

カテゴリーⅠC：経口液剤（用時溶解又は懸濁して用いるシロップ剤を含む）．

カテゴリーⅡ：非水溶性の基剤又は溶剤を用いて作られた製剤で，カテゴリーⅠに記載しているすべての剤形を含む．

2．試験菌株と培地

以下の菌株，若しくはこれらと同等と考えられる菌株を使用する．

Escherichia coli ATCC 8739，NBRC 3972

Pseudomonas aeruginosa ATCC 9027，NBRC 13275

Staphylococcus aureus ATCC 6538，NBRC 13276

Candida albicans ATCC 10231，NBRC 1594，JCM 2085

Aspergillus niger ATCC 16404，NBRC 9455

これらの試験菌は，製剤の製造，使用若しくは保存中に人や環境から混入するおそれのある微生物を代表し，また，日和見感染病原体である．これらの指定菌株に加えて，製剤の性質により混入して増殖するおそれのある微生物を試験菌株として使用した方がよい．試験菌株は，微生物保存機関から入手後，新鮮培地で植え継ぐごとに 1 継代と定義し，5 継代以内のものを用いる．試験菌は混合せず，それぞれ単独に製剤に混入して試験する．接種菌の培養は，カンテン平板培養若しくは液体培養のいずれかを採用する．

カンテン平板培養：上記 5 種の菌株をそれぞれカンテン平板培地又はカンテン斜面培地の表面に接種して培養する．カンテン培地としては，細菌の場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を，真菌の場合はサブロー・ブドウ糖カンテン培地，グルコース・ペプトンカンテン培地又はポテト・デキストロースカンテン培地のいずれかを使用する．細菌の場合は 30 ～ 35 ℃ で 18 ～ 24 時間，*C. albicans* は 20 ～ 25 ℃ で 40 ～ 48 時間，*A. niger* は 20 ～ 25 ℃ で 1 週間又は十分な胞子が形成されるまで培養する．これらの培養菌体を白金耳等で無菌的に採取し，滅菌生理食塩液若しくは 0.1 % ペプトン食塩液に浮遊させ，約 10^8 個/mL の生菌を含む浮遊液を調製する．*A. niger* の場合には，ポリソルベート 80 を 0.05 % の割合で添加した滅菌生理食塩液又は 0.1 % ペプトン食塩液に浮遊させ，約 10^8 個/mL の胞子を含む浮遊液を調製する．これらの浮遊液を接種菌液として使用する．

液体培養：上記 4 種（*A. niger* は除く）の菌株をそれぞれ適当な液体培地に培養後，遠心分離して培地を除く．菌体は滅菌生理食塩液若しくは 0.1 % ペプトン食塩液で洗浄して，同じ溶液で約 10^8 個/mL の生菌若しくは胞子を含む接種菌液を調製する．

上記 5 種以外の菌株を培養する場合は，当該菌株の生育に適した培地を選んで使用することができる．浮遊液の調製もその菌に適した方法を採用する．カンテン平板培養法と液体培養法のいずれにおいても，得られた接種菌液は 24 時間以内に使用する．2 時間以内に被検体に接種できない場合には，冷蔵庫に保存する．接種菌液中の菌数を使用直前に計測し，得られた菌数値より接種直後における製剤 1 mL（g）当たりの理論菌数を算出する．

3．試験手順

3.1　カテゴリーⅠ製剤

製剤を含む容器 5 個のそれぞれの中に接種菌液を無菌的に注入し，均一に混合する．製剤の容器中に菌液を無菌的に混合し難いとき，又は製剤量が少ない場合には，滅菌した別の容器に試験に必要な十分な量の製剤を無菌的に移して接種菌液を混合する．非無菌製剤の場合，これらに加えて菌を接種しない製剤を対照として保存し，生菌数（細菌数及び真菌数）を測定する．菌液を製剤中に均一に混合するために，滅菌した注射針，スパーテル，ガラス棒などを使用できる．混合する接種菌液の量が製剤の 1/100 量を超えてはならない．通常，製剤 1 mL 又は 1 g 当たり 10^5 ～ 10^6 個の生菌数になるように接種，混合する．これらの容器を遮光下で 20 ～ 25 ℃ に保存し，0，14 及び 28 日目に被検製剤から 1 mL 又は 1 g をとり生菌数を測定する．上記の期間中，混合試料に顕著な変化（例えば，色調の変化や異臭の発生）が観察されたときは記録し，当該製剤の保存効力について評価検討する．生菌数の経時的な変化は，試験開始時の菌数を 100 とした百分率で表される．生菌数測定は，原則として「微生物限度試験法」に記載されているカンテン平板混釈法による．なお，この場合，発育阻止物質の確認試験を行い，その影響を除去しなければならないときは，試料溶液の調製に用いる緩衝液や液体培地並びにカンテン培地に効果的な不活化剤を添加することができる．ただし，不活化剤が微生物の増殖に影響を与えないという確認が必要である．保存剤や製剤そのものの存在が生菌数測定に影響し，かつ適当な不活化剤のない場合は，「微生物限度試験法」に記載されているメンブランフィルター法により生菌数を測定する．

3.2　カテゴリーⅡ製剤

カテゴリーⅠで示された手順と同様に行うが，試験菌を製剤と均一に混和する場合及び混合試料中の生菌数を測定する場合に，特別の手技と配慮が要求される．

半固形の軟膏基剤製品では，試料を 45 ～ 50 ℃ に加熱して油状とし，浮遊液を加えて滅菌ガラス棒又はスパーテルで接種菌を均一に分散させる．均一に混合されるように，界面活性剤を加えてもよいが，添加される界面活性剤が接種菌の生残性や増殖性に影響を与えず，かつ，製剤の保存効力を増強させないことを確認する必要がある．生菌数測定のために被検製剤を緩衝液や液体培地に均一に混合するときも，界面活性剤や乳化剤を添加することが望ましいこともある．特に，半固形軟膏製剤や油性製剤などに接種された微生物を液体培地中に均一に分散させるには，ソルビタンモノオレイン酸エステル，ポリソルベート 80，レシチンなどを使用するとよい．これらは汎用さ

れている保存剤の多くを不活化したり，中和させる作用がある．

4．判定

保存効力の判定は，表 1 に従う．表 1 に記されている試験結果が得られた場合，保存効力があると判定する．なお，無菌製剤に接種菌以外の菌が発見されたときは，重大な微生物汚染が起こっている可能性が強く，試験操作上又は製造管理上の注意を要する．また，非無菌製剤中の汚染菌数が，参考情報収載の「非無菌医薬品の微生物学的品質特性」に定める菌数を超える場合にも，試験操作上又は製造管理上の注意を要する．

表 1　製剤区分別判定基準

製剤区分	微生物	判定基準	
		14 日後	28 日後
カテゴリーＩA	細菌	接種菌数の 0.1 % 以下	14 日後のレベルと同等若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
カテゴリーＩB	細菌	接種菌数の 1 % 以下	14 日後のレベルと同等若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
カテゴリーＩC	細菌	接種菌数の 10 % 以下	14 日後のレベルと同等若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
カテゴリーⅡ	細菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下
	真菌	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下	接種菌数と同レベル若しくはそれ以下

5．培地等

保存効力試験用の培地等を以下に掲げる．他の培地等でも類似の栄養成分を含み，かつ，試験対象となる微生物に対して類似の選択性や増殖性を持つものは使用して差し支えない．

ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地

カゼイン製ペプトン	15.0 g
ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH：7.1 ～ 7.3.

サブロー・ブドウ糖カンテン培地

ペプトン（肉製及びカゼイン製）	10.0 g
ブドウ糖	40.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH：5.4 ～ 5.8.

GP（グルコース・ペプトン）カンテン培地

ブドウ糖	20.0 g
酵母エキス	2.0 g
硫酸マグネシウム七水和物	0.5 g
ペプトン	5.0 g
リン酸二水素カリウム	1.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH：5.6 ～ 5.8.

ポテト・デキストロースカンテン培地

ポテトエキス	4.0 g
ブドウ糖	20.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH：5.4 ～ 5.8.

0.1 % ペプトン食塩液

ペプトン	1.0 g
塩化ナトリウム	8.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，121 ℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH：7.2 ～ 7.4.

29．無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法

本試験法は，無菌医薬品の製造区域における微生物管理方法及びその評価法について示す．無菌医薬品の製造区域は，清浄空気の要求特性により，重要区域及び清浄区域に分類される．重要区域とは，清浄度管理が行われている限られた空間であって，空気中における浮遊微粒子数及び浮遊微生物数がグレード A に管理され，その空間を形成する設備・機器の表面及び供給される材料，薬品，水などについても要求される清浄度が保持され，必要に応じて温度，湿度，圧力などの環境条件についても管理が行われている区域を指す．清浄区域とは，空気，ガス又は液体中の汚染物について清浄度管理が行われ，要求される清浄度が保持されている空間を指すが，無菌操作を行う区域を意図したものではない．無菌医薬品の製造に当たっては，微生物学的管理が適切に維持されていることを保証するために，環境，設備及び作業員に対する微生物学的モニタリングを適切な頻度で行う必要がある．汚染微生物の検出は，あらかじめ定めたサンプリング計画に従い，適切なサンプリング装置を用い，原則として通常の作業形態下で行わなければならない．空中微生物及び表面付着微生物の捕集，培養，計数，評価方法は，モニタリング目的，対象物，検出対象微生物等によって異なるので，目的，対象物等に応じた適切な方法の選択が必要である．なお，本法に示すサンプリング装置及び測定方法，培地及び培養温度，モニタリング頻度，並びに環境微生物の評価基準値は飽くまでも参考情報であり，絶対的なものではない．

1．定義

本試験法で用いる用語の定義は，以下のとおりである．

1）製造区域：培養，抽出・精製，原料秤量，容器・栓等の洗浄・乾燥，薬剤の調製・充てん作業，閉塞，包装等の作業を

行う場所，及び更衣を行う場所をいう．

2）処置基準：微生物の数（及び必要に応じて種）に対して設定した基準値をいい，この値を超えた場合には直ちに調査を行い，必要に応じて是正措置をとる．

3）警報基準：微生物の数（及び必要に応じて種）に対して設定した基準値をいい，この値は予知される問題点を早期に警告するものであり，その設定レベルを超えた場合には直ちに是正措置を必要とはしないが，調査は行う必要がある．

4）汚染物：対象物に付着，混入することなどによって汚染を引き起こす空中微粒子及び環境微生物をいう．

5）清浄度：対象物の清浄状態を示す量をいい，一定面積又は一定体積中に含まれる汚染物の数又は質量によって表す．

6）清浄度管理：限られた空間又は表面について，要求される清浄度を保持するために必要とされるあらゆることがらについて，計画を立て，組織し，実施することをいう．

7）作業シフト：同じ作業員又はグループによってなされる一定の作業又は作業時間をいい，通常，1 シフトは 12 時間以内である．

8）性状検査：汚染菌を識別できる程度に区分するための手段をいい，日常管理では，属レベルまでの分類でよいが，必要に応じて種レベルの同定を行う．

2．無菌医薬品製造区域の空気清浄度

医薬品製造環境の空中微粒子は，物理的には製品に侵入して不溶性微粒子の原因の一つになりうる．また，生物学的には微生物の媒体として作用するため，空気中の微粒子数を最小限にし，存在する微粒子を効果的に排除することが必要である．無菌医薬品の製造において，各作業別に要求される空気清浄度を表 1 に示す．

表 1　無菌医薬品製造のための空気の清浄度

空気の清浄度レベル	最大許容微粒子数/m^3	
グレード*1	非作業時	作業時
	0.5 μm 以上	0.5 μm 以上
A（層流作業区域）	3530	3530
B（非層流作業区域）	3530	353000
C	353000	3530000
D	3530000	—*2

*1　作業時における最大許容微粒子数は，USP＜1116＞の規格と次のように対応している．グレード A はクラス 100（M3.5），グレード B はクラス 10,000（M5.5），グレード C はクラス 100000（M6.5），グレード D については対応する規格はない．

*2　作業形態により，この区域の許容微粒子数は異なる．

2.1　最終滅菌法を適用できる無菌医薬品

溶液の調製は，通例，グレード C の環境で行う．密封容器を使うなど，汚染を極力少なくするための追加措置が講じられている場合には，グレード D での溶液調製も許容される．注射剤の充てん作業は，グレード C 以上の環境内に設置されたグレード A の環境で行う．注射剤以外の無菌医薬品の調製及び充てんも，通例，注射剤に準じる．

2.2　ろ過滅菌後，一連の無菌操作法で製造される無菌医薬品

出発原料の秤量及び溶液調製は，グレード C 以上の環境で行う．これらの作業は，ろ過の前まで密封容器を使うなど，汚染を極力少なくするための追加措置が講じられている場合には，グレード D の環境で行うことが許容される．無菌ろ過後，閉塞までのすべての無菌操作は，グレード A の環境で取り扱わなければならない．

2.3　原料段階から一連の無菌操作法で製造される無菌医薬品

出発原料の取扱い及び閉塞までのすべての無菌操作をグレード A の環境で行わなければならない．

3．環境モニタリングによる環境微生物の管理

環境モニタリングは，無菌操作法で製造される無菌医薬品においては，特に重要な無菌性保証要素である．環境モニタリングの主目的は，製造区域への環境悪化を事前に予知し，製品の品質に悪影響を及ぼすことを防ぐと共に，適切な清浄度管理により，高度な無菌医薬品の製造を行うことにある．

3.1　環境微生物のモニタリング

a）無菌医薬品の製造区域における環境微生物のモニタリングプログラムの手順書を各施設ごとに作成すること．手順書に含まれる項目としては，1）モニタリング対象物，2）モニタリング対象微生物，3）モニタリング頻度，4）モニタリング方法，5）モニタリング対象物に対する警報及び処置基準値，6）設定基準値に達した際の具体的処置手順などがある．

b）無菌操作，無菌管理を行う環境とその周辺では，環境微生物の定期的なモニタリングが必要であり，無菌医薬品が環境空気と直接接触する重要区域においては，作業シフトごとのモニタリングが必要である．モニタリング対象物としては，空気，床，壁，機械表面，作業員の着衣や手袋などがある．微生物のモニタリングの参考頻度を表 2 に示す．

c）環境微生物のモニタリングに使用するサンプリング装置，方法及び培地は，検出しようとする微生物（好気性細菌，嫌気性細菌，カビ，酵母など）に適したものでなければならない．また，検出対象微生物に適切な培養温度及び培養期間等の培養条件を選択すべきである．通例，環境微生物試験に用いられている培地及び培養条件を表 3 に示す．

d）サンプリングしたものは，微生物限度試験法のメンブランフィルター法，カンテン平板混釈法，カンテン平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法（最確数法）等によって生菌数を計測する．

e）環境微生物の参考評価基準を表 4 に示す．各モニタリング対象物の警報基準値と処置基準値は，十分なデータが収集された後，必要に応じて調整することができる．環境モニタリングにおいて重要なことは，モニタリング対象物が一定の清浄度を維持していることを恒常的に監視することである．

f）分離された微生物については，必要に応じて性状検査を行う．また，微粒子数についてもその経時的又は経日的推移を分析し，無菌医薬品の製造区域の環境評価データとする．

3.2　環境モニタリングデータの評価

a）環境モニタリングデータは，定期的に評価し，各区域又は場所において予知される環境上の問題点を推論する．また，問題が発生したときには，直ちに原因調査を開始し，調査結果を報告書にまとめる．再モニタリングは，問題区域が再び元の管理された状態に戻ったことを立証できる方法で実施しなければならない．

b）調査報告書は，あらかじめ定めた責任者若しくは品質管理責任者により評価及び承認され，その後，当該製造区域に従事する主な関係者に配付する．

4．サンプリング装置及び測定方法

空中微生物又は表面付着微生物の捕集や測定に関しては，種々のサンプリング装置及び方法がある．モニタリングの目的

及び対象物によって，適切なサンプリング装置及び方法を選定しなければならない．

4.1 空中微生物の測定方法

a）落下菌測定法

カンテン培地を入れた一定の大きさのペトリ皿を，測定場所でふたをとり，一定時間放置後，表面に落下した微生物を培養し，集落数を計数する方法である．本法は，静置した培地の表面に沈降しなかった微生物を検出できないこと，微生物凝集物の沈降速度は気流の影響を受けることから，微生物の総数を定量的にモニタリングする際には有効でない．本法は，得られる結果が定性又は半定量的であるが，製品又は装置が空中に浮遊する

微生物によって汚染される可能性を，長時間モニタリングするのに適切な方法である．

表 2 微生物のモニタリングの参考頻度

製造区域	モニタリングの参考頻度
重要区域（グレード A）	作業シフトごと
重要区域に隣接する清浄区域（グレード B）	作業シフトごと
他の清浄区域（グレード C，D） 製品や容器と接触する区域 製品や容器と接触しない区域	 週 2 回 週 1 回

表 3 培地及び培養条件

検出対象微生物	培地*1	培養条件
好気性細菌	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン（又は液体）培地 ブレインハートインフュージョンカンテン（又は液体）培地 ニュートリエント カンテン（又は液体）培地	30 ～ 35℃*2 5 日間以上*3
酵母及びカビ	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン（又は液体）培地 サブローデキストロース カンテン（又は液体）培地 ポテト・デキストロース カンテン（又は液体）培地 グルコースペプトン カンテン（又は液体）培地	20 ～ 25℃*2 5 日間以上*3
嫌気性細菌*4	ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地 クックドミート液体培地 強化クロストリジウム カンテン（又は液体）培地 無菌試験用チオグリコール酸培地 I（又はカンテン培地）	30 ～ 35℃ 5 日間以上*3

*1 培地には，必要に応じて適切な濃度の抗生物質を添加してもよい（微生物限度試験法参照）．また，被検面に消毒剤の存在するおそれがあり，それが試験時に混入する可能性のある場合には，それを不活化する物質を添加する．

*2 好気性細菌と酵母及びカビをソイビーン・カゼイン・ダイジェスト カンテン培地で検出する場合には，25 ～ 30℃ で 5 日間以上の培養も許容される．

*3 信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り，培養後 5 日以前の計測値を採用してもよい．

*4 通例，微生物モニタリングに，嫌気性細菌は含まれない．嫌気性細菌の検出にカンテン培地を用いる場合には，適当な装置を用いて嫌気培養を行うこと．

表 4 環境微生物の評価基準*1

グレード	空中微生物数*2 (CFU/m³)	最小空気採取量 (m³)	表面付着微生物数	
			機器，設備	手袋
			(CFU/24 ～ 30 cm²) *3	
A	＜1	0.5	＜1	＜1
B	10	0.5	5	5
C	100	0.2	25	—
D	200	0.2	50	—

*1 各条件における平均許容上限値を示す．

*2 スリットサンプラー法又は同等の微生物捕集性能を有する方法を用いての値．

*3 コンタクトプレート（直径約 5.4 ～ 6.2 cm）当たりに現れる生菌数を示す．拭き取り法を用いる場合には，25 cm² 当たりの表面積の換算値とする．手袋の場合は，通常，5 指をプレートに押捺．

b）浮遊菌測定法

1）測定法

一定量の空気を吸引する方法で，サンプリング方法によってろ過型サンプリング装置及び衝突型サンプリング装置がある．ろ過型サンプリング装置は，吸引力及びフィルターサイズを適切に変えることによって，希望する空気量を捕集することができるが，フィルターを無菌的にホールダーに取り付けたり，取り出すときに注意を要する．重要区域で使用する場合，空気の流れを乱し，無菌医薬品の製造に悪影響を及ぼさないように注意を払うこと．フィルターには，ゼラチンフィルター等を用いたウエットタイプ及びメンブランフィルターを用いたドライタイプのものがある．ドライタイプのフィルターは，静電気の影響により微生物粒子をフィルター上に定量的に捕集できないことがある．

衝突型サンプリング装置の選択及び使用に当たっては，捕集される空気の培地への衝突速度が捕集された微生物粒子に悪影響を及ぼさず，かつ微生物を捕集するのに十分な速度であること．また，空気の吸引量は，それぞれの微生物汚染限度に応じ微生物汚染を検出するのに十分な量であり，かつ培地の物理的・化学的特性を大きく変えるものであってはならない．重要区域で使用する場合，空気の流れを乱し，無菌医薬品の製造に悪影響を及ぼさないように注意を払うこと．

2）測定装置

一般的に使用される浮遊菌測定装置には，①スリットサンプラー，②アンダーセンサンプラー，③ピンホールサンプラー，④遠心型サンプラー及び⑤ろ過型サンプラーがある．スリットサンプラーは，回転するカンテン培地に一定サイズのスリットを通して一定流量の空気を吹きつけて微生物を捕集する装置で，培地の回転速度及びスリットと培地表面との距離を調節して測定し，最大 1 時間まで時系列的に微生物の推移を把握することができる．アンダーセンサンプラーは，多孔板とカンテン培地を数段組み合わせ，培地に多孔板を通して一定流量の空気を吹きつけて微生物を捕集する装置で，空気中の微生物の粒子分布を測定するのに適している．ピンホールサンプラーは，スリットサンプラーのスリット部分がピンホールになった装置で，回転するカンテン培地に数個のピンホールを通して一定流量の空気を吹きつけて微生物を捕集する．遠心型サンプラーは，回転羽根を回転し，一定流量で吸引した空気を周囲に固定したカンテン培地のストリップに吹きつけて微生物を捕集する装置で，機器の持ち運びが容易で局所の測定に適している．ろ過型サン

プラーの特性については，1）項の測定法を参照．

4.2　表面付着微生物の測定方法

a）　コンタクトプレート法

適切な接触表面を有するコンタクトプレートを使用する．

サンプリング箇所に，コンタクトプレート全体を均等に数秒間接触させる．この際，回転させたり直線的に動かしてはならない．接触後，プレートに覆いをし，できるだけ速やかに適切な培養条件で培養する．なお，コンタクトプレート使用後は，接触箇所に付着した培地成分を無菌的に拭き取ること．

b）　拭き取り法

無菌のガーゼ，脱脂綿，綿棒等を適切なリンス液に浸し，あらかじめ規定された表面積をゆっくりと回転，又は平行線状に拭き取ることによってサンプリングを行う．サンプリング後，ガーゼ，脱脂綿，綿棒等を適切な一定量のリンス液に入れて攪拌後，適切な方法で微生物数を測定する．

5. 浮遊菌測定サンプリング装置の捕集性能試験

浮遊菌測定サンプリング装置の捕集性能試験は，JIS K 3836（空中浮遊菌測定器の捕集性能試験法）又は ISO 14698-1（クリーンルームの生物汚染管理，一般原則）によって行う．

6. 培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

微生物限度試験法の 1. 生菌数試験の「培地の性能試験及び発育阻止物質確認試験」を準用する．

培地

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト　カンテン（又は液体）培地

微生物限度試験法を参照．

サブローデキストロース　カンテン（又は液体）培地

微生物限度試験法を参照．ただし，抗生物質は必要に応じて添加する．

ポテトデキストロース　カンテン（又は液体）培地

微生物限度試験法を参照．ただし，抗生物質は必要に応じて添加する．

グルコースペプトン　カンテン（又は液体）培地

微生物限度試験法を参照．ただし，抗生物質は必要に応じて添加する．

液状チオグリコール酸培地（又はカンテン培地）

無菌試験法を参照．ただし，カンテン培地のカンテン濃度は約 1.5 % とする．

ブレインハートインフュージョン　カンテン（又は液体）培地

子ウシ脳 200 g からの浸出物
ウシ心臓 250 g からの浸出物

ペプトン	10.0 g
ブドウ糖	2.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸水素二ナトリウム十二水和物	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.2 ～ 7.6

ニュートリエント　カンテン（又は液体）培地

牛肉エキス	3.0 g
ペプトン	5.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.6 ～ 7.0

クックドミート液体培地

ウシ心臓 450 g からの浸出物

ペプトン	20.0 g
ブドウ糖	2.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
水	1000 mL

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.2 ～ 7.6

強化クロストリジウム　カンテン（又は液体）培地

牛肉エキス	10.0 g
ペプトン	10.0 g
酵母エキス	3.0 g
溶性デンプン	1.0 g
ブドウ糖	5.0 g
L-システイン塩酸塩	0.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
酢酸ナトリウム三水和物	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

液体培地の場合，カンテンを 0.5 g 加える．

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.7 ～ 6.9

リンス液

リン酸緩衝液（pH 7.2）

微生物限度試験法を参照．

ペプトン食塩緩衝液（pH 7.0）
微生物限度試験法を参照．

リンゲル溶液 1/4 濃度

塩化ナトリウム	2.25 g
塩化カリウム	0.105 g
塩化カルシウム二水和物	0.16 g
水	1000 mL

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.0

チオ硫酸リンゲル溶液

チオ硫酸ナトリウム五水和物	0.8 g
リンゲル溶液 1/4 濃度	1000 mL

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 6.6

LP 希釈液

カゼイン製ペプトン	1.0 g
大豆レシチン	0.7 g
ポリソルベート 80	1.0 ～ 20.0 g
水	1000 mL

121℃ で 15 ～ 20 分間高圧蒸気滅菌する．滅菌後の pH 7.2

30．レーザー回折法による粉体粒度測定

粒子径は固体状の原薬や添加剤の特性を示す重要な因子の一つであり，その迅速かつ高精度な測定法が必要とされている．レーザー回折法はその有力な手段とされているが，測定される粒子の種類と粒子径の範囲が制限されるために，しばしば顕微鏡法による測定も並行して行う必要がある．医薬品分野においては，とりわけ粒子径が 100 μm 以下でふるい分け法の適用が難しい医薬品添加剤などの製剤処方成分に対して，信頼性と再現性のある粉体粒度測定法が，製剤の品質管理上，必要とされている．

粉体粒度測定法として，既に日本薬局方に 1 ～ 100 μm の粒子を測定対象とする光学顕微鏡法（第 1 法）と，75 μm 以上の粒子を測定対象とするふるい分け法（第 2 法）が収載されている．

以下に，レーザー光に対する回折（フラウンホーファ回折）現象を利用して，1 ～ 1000 μm 程度の粒子径を解析する方法として，レーザー回折法による粉体粒度測定法を示す．なお，フラウンホーファ回折以外のミー散乱などの原理を用いた方法による，サブミクロン領域（1 μm 以下）の粒子を対象とする方法も粉体粒度測定法として利用することができる．

1．レーザー回折法の原理

レーザー回折法は，粉体粒子が平行な光線に曝されたときに，その粒子径に依存した強度パターンをもつ光回折現象（フラウンホーファ回折）を示すことに基づいており，回折パターンの数学的な解析により，正確で再現性のある粒子径分布像を得ることができる．すなわち，液体又は気体中に適切な濃度で分散させた粉体試料を横切るようにレーザー光束を照射するとき，粒子により種々の角度に回折された光が検出器で検知され，合わせて回折パターンに関連する情報がデータ解析のために入手・記録されるように装置が設計されている．なお，データ解析に当たっては，粒子が球形であることが仮定されている．本法においては，装置に規定されている粒子径区間毎に，測定された回折強度データのパターンに最もよく一致するように光学モデルから逆演算することによって，体積基準の球相当径分布が算出される．

サブミクロン領域の粒子については，前方散乱光強度が弱いので，粒子径に依存した散乱パターンの識別は困難であるため，正確な粒子径分布を得るのは難しい．このため，一般にサブミクロン領域では，フラウンホーファ回折による粒子径評価はできないとされている．したがって，本法においては，サブミクロン領域の粒子に対しては，通常，ミー散乱理論が適用され，粒子による透過光や屈折光などを考慮した上で，信号の得やすい側方や後方への散乱光の解析から粒子径が計測される．しかし，非球形粒子の場合には粒子形状により散乱パターンが変化するため，分散媒の正確な物性値（屈折率・透過率）を与えても，粒子径を正しく評価することはできない．このため，球形粒子に近似できる場合にはミー散乱理論の適用は有効と思われるが，それ以外の場合は，一般には物性値や粒子濃度の影響が強く現れるため，得られたデータの評価は難しい．

2．装置

レーザー回折の一般的な装置の構成を図 1 に示す．光源としては，通例，単一波長のレーザー光が用いられる．また，分散させた粒子集合体に照射するためのレーザー光束調整部 H としてビームエキスパンダーが備えられる．試料（粒子集団 F）がレーザー光束中を通過するとき，レーザー光の一部は粒子により散乱されるが，フーリエレンズ D の焦点距離の位置に置かれた検出器 J により，散乱光及び透過光の与える回折像が検知される．

試料は液体又は気体中に分散させて測定するが，液体分散系については，光学測定セル，分散槽（通常は，かき混ぜ器と超音波エレメントが付属している），ポンプ及びチューブから構成される循環系が最もよく用いられる．

（1） 装置の校正

ISO Standard 13320-1（1999）：Particle size analysis－Laser diffraction methods－Part 1：General principles に記載されているように，少なくとも 1 桁以上の粒子径範囲をもち，既知の粒子径分布をもつ複数の粉体粒度測定用標準粒子を用いて装置の校正を行う．

（2） サブミクロン領域における粒子径測定

現在，粒子径測定をサブミクロン領域まで広げる目的で，ミー散乱理論が組み込まれた装置が開発され，利用されている．この種の装置では後方及び側方散乱光を検出し，データ解析ができるように装置が設計されているが，装置の種類により解析結果が大きく異なる．このため，使用する装置及び試料を限定し，データ解析のために入力すべき物性値などの数値を装置定数化して特定の条件下で使用すれば，サブミクロン領域においても再現性のある測定データを得ることができる．

（3） エマルションの粒子径測定

エマルションの粒子径測定法としては，動的光散乱や静的光散乱を利用した測定法が一般的である．ただし，エマルション粒子は光透過性をもつので，レーザー回折法の適用はあまり好ましくはないが，粉体粒度測定用標準粒子を用いて装置の校正が適切に行われておれば，エマルションの粒子径評価も可能である．

3．測定

本法では，粒子濃度が測定精度に影響する．このため，粒子径が大きく，測定可能な粒子径範囲の上限に近い試料の場合には，統計的に解析可能な高い粒子濃度が必要とされる．一方，粒子径が小さい試料の場合，正確な測定を行うためには，多重散乱を引き起こさない程度にやや低い粒子濃度に調整する必要がある．

（1） 測定条件

・装置の設置場所：装置は電気的ノイズや機械的振動を伴わないことが必要であり，また測定に影響を及ぼすような温度又は湿度の変動がなく，直射日光の当たらない環境に設置することが望ましい．
・ブランク測定：装置の光学部分の光軸を合わせた後，測定に用いる清浄な分散媒について，試料の測定と同様の方法によりブランク測定を行う．
・試料の予備的検査：測定対象となる粉体試料について，肉眼又は顕微鏡下であらかじめ観察し，およその粒子径範囲と粒子形状を確認しておく．
・測定条件の設定：必要とされる測定精度に応じて，測定時間，検出器の読み取り時間及び測定回数などを実験的に求めておく．
・試料の測定：設定された測定条件に基づいて試料の測定を行う．試料とブランク間の光の回折強度差から，分散粒子のみによる信号を得てデータ解析を行う．

（2） 試料の調製

乾燥した粉体試料は液体中にも気体中にも分散できるが，分散方法は測定目的に合わせて選択する．分散方法には，液体を分散媒とする湿式分散法及び気体を分散媒とする乾式分散法がある．測定に供する粉体試料は，適切な試料分割法によって測定に適したかさ体積をもつ試料を調製するのがよい．

粒子径分布は試料の調製条件によって大きく変化する．そのため，測定に当たっては試料の調製手順と調製条件をあらかじめ定めておく必要がある．

（3） サンプリング

レーザー回折法による粉体粒度測定においては，実際に測定に必要な試料量は装置の高性能化に伴って減少しているが，試料全体を代表するものでなければならない．そのため，測定対象となる多量の試料から，どのようにして少量の測定用試料をサンプリングするかが問題となる．試料の採取については，多量の試料を必要量まで分割・縮分する方法が一般的である．分割・縮分は分割器や円すい四分法などを用いて行う．円すい四分法は試料量が少ない場合や流動性の乏しい試料を縮分する場合に用いられ，分割器を必要としない簡便な方法である．

液体中に分散した粉体粒子のサンプリングについては，まず全体を均一になるようにかき混ぜ，混合した後，容器の底部に沈降した堆積物がないことを確認し，ピペットなどを用いて必要量をすばやくサンプリングする．特に大きな粒子を含む試料は，大粒子が沈降しやすく，かき混ぜを止めるとすぐに底部に沈降してしまうため，懸濁液をかき混ぜながらサンプリングする必要がある．

（4） 測定試料の前処理

レーザー回折装置の測定粒子径範囲の上限を超える粒子又は凝集体を含む試料については，あらかじめふるいによりこれらを除去しておくことが必要であり，このとき除去した粒子又は凝集体の質量とその百分率を記録しておく必要がある．

（5） 分散媒として使用する分散液

種々の液体を粉体試料の分散液として利用することができるが，分散液の選択に当たっては以下の点を考慮する必要がある．

・装置に用いられている材料（O リングやチューブなど）との適合性がよいこと．
・粒子を溶解せず，粒子径を変化させないこと．
・粒子の分散を容易にし，かつ安定な分散系を与えるものであること．
・適度な粘度をもっており，再循環が可能であること．
・無害であるか又は安全性の必要条件に適合していること．

起泡性の低い界面活性剤や分散剤は粒子のぬれを促進し，分散系を安定化させるために用いる．また，粒子の懸濁液を肉眼又は顕微鏡下で検査することによって，懸濁液の特性を予備的にチェックしておく必要がある．

（6） 超音波照射による凝集粒子の分散

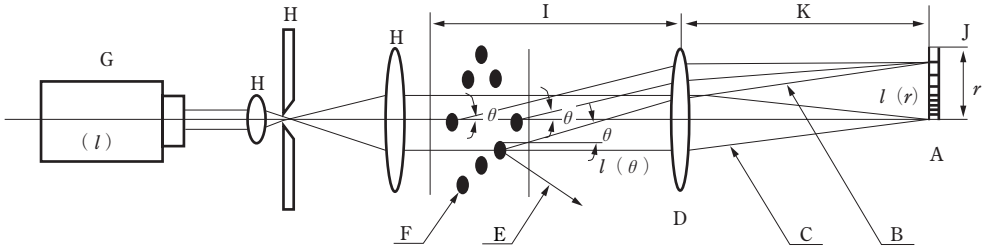
微細な粒子を含む粉体試料については，粒子に強い物理的力を与えて凝集粒子を機械的に分散させなければならない．通常，超音波照射を用いるが，超音波の出力や照射時間だけでなく，懸濁液量や容器の容量によっても強制分散効果が大きく異なるので，これらの点に留意して最適な照射条件を設定する必要がある．また，装置として超音波浴を使用する際には，液面の水位によって水又は分散液の運動状態が変わり，分散効果が変化するので，超音波が強く照射される強振点を確認しておく必要がある．更に，超音波の出力を大きくしたり照射時間を長くすると，測定粒子が破壊されることがあるので，照射条件の違いによる粒子径分布の変動についても確認し，適切な超音波出力と照射時間を選定することが重要である．

（7） 分散媒として使用する分散気体

粉体試料の気体中での分散には圧縮気体を用いた適切な乾式分散器を使用することが望ましい．用いる分散気体中には，油，水，粒子など，測定に影響を与える物質を含んではならない．このためには，必要に応じてフィルターなどを用いてこれらを除去する．乾式分散法では，縮分された試料の全部を測定に用いるのがよい．試料量を多くすれば，粒子径分布幅が広い場合でも粗大な粒子径領域における統計的誤差を解消できる．また，粒子が適切に分散されていることが必要である．これは，通常，乾式分散法と湿式分散法の結果を比較することによって確認することができる．理想的には乾式測定の結果と湿式測定の結果が同一になることが望ましい．

4．データ解析

いくつかの数学的手法に基づいて種々のデータ解析用ソフトが開発されており，目的に応じて測定データから粒子径及び粒子径分布を算出することができる．測定精度については，一般には同一バッチから独立した 3 回のサンプリングを行って測定した場合に，それぞれの装置に求められる再現性が得られることが必要である．



記号
A：吸光度検出器
B：散乱光
C：直射光
D：フーリエレンズ
E：レンズ D で集められない散乱光
F：粒子集団
G：レーザー光源
H：ビーム調整部
I：測定位置
J：複数の素子を持つ検出器
K：レンズ D の焦点距離

図 1　レーザー回折装置の構成例

（1） 粒子径分布の計算

レーザー回折法によって得られた回折（又は散乱）強度分布から粒子径分布を計算するアルゴリズムは，装置メーカーによって異なるが，装置の検出器によって検出された回折光の強度から回折（又は散乱）理論によって試料中の粒子の大きさを推定するという考え方は，基本的には同じである．本法は光学モデルにおいて球形粒子を仮定しているので，非球形粒子については球相当径が得られる．レーザー回折法は，単一粒子による回折と凝集体又は凝集塊を形成している 1 次粒子のクラスターによる回折を区別することはできない．

（2） 結果の整理

粒子径に分布があるとき，その代表値として中位径（メディアン径）又は最頻径（モード径）がよく用いられる．そして，粒子径分布は，積算分布又は頻度分布のいずれかの方法により表示する．積算分布は，ある粒子径より小さい粒子が試料全体に占める量的割合として表すことができる．なお，粒子径分布測定はふるい分け法で行われることが多いので，この積算分布は積算ふるい下分布として表すのが一般的である．一方，頻度分布は特定の粒子径画分に含まれる粒子が試料全体に占める頻度として表す．

・粒子径分布の関数表示

粒子径分布は，正規分布又は対数正規分布に基づく関数で表示される．正規分布は左右対称の頻度分布をもつのが特徴である．対数正規分布は大粒子側で裾広がりの分布をもつのが特徴であり，大粒子が多く微粒子が少ない粉体に適用されることが多い．

5. 測定に際しての留意点

レーザー回折法は，粒子径分布幅が広い場合には精度の高い粒子径測定は期待できないことが示されている．レーザー回折法による粒子径測定では，散乱強度が測定対象粒子の下限粒子径（1 μm）と上限粒子径（1000 μm）に大きく影響するので，測定範囲の設定は重要である．レーザー回折法によって粒子径分布を測定する場合の粒子径範囲は，当該装置の測定精度と感度を考慮し，既知の粒子径分布をもつ標準試料を用いて内挿により確認しておくことが望ましい．10 μm 以下の粒子については検出器の信号に回折による差異が出にくいため，正確な粒子径を得ることは難しい．特にサブミクロン領域の粒子については，前方散乱光にはほとんど差異がないため，識別が難しい．更に，測定対象粒子の非球形性と球形粒子を仮定することによって生じる誤差に加えて，粒子径が小さくなると幾何学的粒子径の減少から推定される以上に大きな散乱強度の低下が生じるため，粒子径が減少するに従って測定精度の確保は困難となる．したがって，レーザー回折法による粒子径測定の下限値は顕微鏡法と同様に 1 μm 程度が妥当である．レーザー回折法では散乱強度は粒子の体積濃度に関係するので，最大粒子径は散乱強度の相対的な変動を考慮して測定範囲を考えるべきである．すなわち，粒子径が 10 倍になると体積は 1000 倍に増加することを考えれば，測定範囲の下限粒子径が 1 μm であれば，1000 μm の粒子は 10 億倍の体積をもつことになり，測定に必要な試料量も体積と同様に 10 億倍となる．したがって，測定に使用する最大粒子径は 1000 μm 程度とするのが妥当である．

・標準粒子の参考例

日本粉体工業技術協会規格　SAP 10－03　検定用粒子を用いる．測定粒子径範囲（1 ～ 10 μm 又は 10 ～ 100 μm）に応じて，MBP 1–10 又は 10–100 のいずれかを用いる．

附　　録

原子量表（2004）について

1961 年，元素の原子量が，質量数 12 の炭素（^{12}C）を 12（端数なし）とし，これに対する相対値とする，と決められた．以来，質量分析法等の物理的手法による各元素の核種の質量と同位体比の測定データは質，量ともに格段に向上した．国際純正・応用化学連合（IUPAC）の原子量及び同位体存在度委員会（CAWIA）では新しく測定されたデータの収集と検討を行い，原子量表を発表している．これを受けて，日本化学会原子量小委員会は，その表をもとに毎年 4 月に原子量表を発表している．この原子量表を正しく，かつ有効に使用できるように，以下に簡単な解説を加える．さらに詳しいことは IUPAC の原子量及び同位体存在度委員会の報告書*1 及び総説*2 を参照していただきたい．

原子量表に記載されている各元素の原子量の値は，表の前文に書かれているように，地球上に起源を持ち，天然に存在する物質中の元素に対する値である．原子量は単核種元素（一つの安定核種からなる元素）以外の元素では光の速度のような自然界の定数ではなく，その元素を含む物質の起源や処理の仕方などによって変わりうるものである．これは原子量がそれぞれの元素を構成している安定核種の相対存在度（同位体比）に依存するからである．測定技術の進歩によって，各元素の同位体存在度は必ずしも一定ではなく，地球上で起こる様々な過程のために変動し，それが原子量に反映することがわかってきた．その結果，元素間で原子量の精度に差が生じることになった．原子量表で各原子量の値に続く（ ）の中に示した数字は，その原子量の最後の桁の値に対する不確かさである．例えば水素の場合の 1.00794（7）は 1.00794±0.00007 を意味する．

単核種元素の原子量は最も正確で，精度も高い．それは，単核種元素は複数の安定同位体をもたないために同位体比を考慮する必要がないからである．このような元素の原子量は，物理的手法で求めたそれぞれの核種の質量*3 をもとに一定の基準で不確かさを考慮して決められる．

元素の中には地球上で採取された試料の大部分ではある一定の同位体組成を示すが，ある特定の試料ではそれらの値と異なった同位体組成を示すものがある．このような元素には注に“g”と記し，試料によってはこれらの元素の原子量として原子量表の値をそのまま使うことができないことを示す．これに対して，例えば酸素のように，空気，海水，陸水，岩石など種々の形態で地球上に存在し，これらの物質間で同位体組成が変動しているため，どれか 1 つの値に収束できない元素がある．注の“r”は，このように同位体組成の測定技術がどんなに進歩しても精度のよい原子量を与えることができない元素につけられている．一方，元素によっては人為的に同位体分別を受けたものが試薬として一般に利用されている可能性がある．代表的な元素として，水素，リチウム，ホウ素，ウランなどがある．注の“m”はこのような元素に付けられており，特に原子量が問題となるような場合には試薬のラベルを参照するなどして注意する必要がある．

＊1 IUPAC Inorganic Chemistry Division, CAWIA：Atomic Weights of the Elements 2001. *Pure Appl. Chem.*, **75**, 1107 (2003).

＊2 J. R. De Laeter et al.：Atomic Weights of the Elements：Review 2000. *Pure Appl. Chem.*, **75**, 683 (2003).

＊3 G. Audi and A. H. Wapstra：The 1993 Atomic Mass Evaluation（Ⅰ）. Atomic Mass Table. *Nucl. Phys.*, **A565**, 1 (1993).

原子量表（2004）

（元素の原子量は，質量数の 12 の炭素（^{12}C）を 12 とし，これに対する相対値とする．但し，^{12}C は核及び電子が基底状態にある中性原子である．）

多くの元素の原子量は一定ではなく，物質の起源や処理の仕方に依存する．原子量とその不確かさ#は地球起源で天然に存在する物質中の元素に適用される．この表の脚注には，個々の元素に起こりうるもので，原子量に付随する不確かさを越える可能性のある変動の様式が示されている．原子番号 112 から 116 までの元素名は暫定的なものである．

元素名	元素記号	原子番号	原子量	脚注
アインスタイニウム＊	Es	99		
亜鉛	Zn	30	65.409(4)	
アクチニウム＊	Ac	89		
アスタチン＊	At	85		
アメリシウム＊	Am	95		
アルゴン	Ar	18	39.948(1)	g r
アルミニウム	Al	13	26.981538(2)	
アンチモン	Sb	51	121.760(1)	g
硫黄	S	16	32.065(5)	g r
イッテルビウム	Yb	70	173.04(3)	g
イットリウム	Y	39	88.90585(2)	
イリジウム	Ir	77	192.217(3)	
インジウム	In	49	114.818(3)	
ウラン＊	U	92	238.02891(3)	g m
ウンウンクワジウム＊	Uuq	114		
ウンウンビウム＊	Uub	112		
ウンウンヘキシウム＊	Uuh	116		
エルビウム	Er	68	167.259(3)	g
塩素	Cl	17	35.453(2)	g m
オスミウム	Os	76	190.23(3)	g
カドミウム	Cd	48	112.411(8)	g
ガドリニウム	Gd	64	157.25(3)	g
カリウム	K	19	39.0983(1)	
ガリウム	Ga	31	69.723(1)	
カリホルニウム＊	Cf	98		
カルシウム	Ca	20	40.078(4)	g
キセノン	Xe	54	131.293(6)	g m
キュリウム＊	Cm	96		
金	Au	79	196.96655(2)	
銀	Ag	47	107.8682(2)	g
クリプトン	Kr	36	83.798(2)	g m
クロム	Cr	24	51.9961(6)	
ケイ素	Si	14	28.0855(3)	r
ゲルマニウム	Ge	32	72.64(1)	
コバルト	Co	27	58.933200(9)	
サマリウム	Sm	62	150.36(3)	g
酸素	O	8	15.9994(3)	g r
ジスプロシウム	Dy	66	162.500(1)	g
シーボーギウム＊	Sg	106		
臭素	Br	35	79.904(1)	
ジルコニウム	Zr	40	91.224(2)	g
水銀	Hg	80	200.59(2)	
水素	H	1	1.00794(7)	g m r
スカンジウム	Sc	21	44.955910(8)	
スズ	Sn	50	118.710(7)	g
ストロンチウム	Sr	38	87.62(1)	g r
セシウム	Cs	55	132.90545(2)	
セリウム	Ce	58	140.116(1)	g
セレン	Se	34	78.96(3)	r
ダームスタチウム＊	Ds	110		
タリウム	Tl	81	204.3833(2)	
タングステン	W	74	183.84(1)	
炭素	C	6	12.0107(8)	g r
タンタル	Ta	73	180.9479(1)	
チタン	Ti	22	47.867(1)	
窒素	N	7	14.0067(2)	g r
ツリウム	Tm	69	168.93421(2)	
テクネチウム＊	Tc	43		
鉄	Fe	26	55.845(2)	
テルビウム	Tb	65	158.92534(2)	
テルル	Te	52	127.60(3)	g
銅	Cu	29	63.546(3)	r
ドブニウム＊	Db	105		
トリウム＊	Th	90	232.0381(1)	g
ナトリウム	Na	11	22.989770(2)	
鉛	Pb	82	207.2(1)	g r
ニオブ	Nb	41	92.90638(2)	
ニッケル	Ni	28	58.6934(2)	
ネオジム	Nd	60	144.24(3)	g
ネオン	Ne	10	20.1797(6)	g m
ネプツニウム＊	Np	93		
ノーベリウム＊	No	102		
バークリウム＊	Bk	97		
白金	Pt	78	195.078(2)	
ハッシウム＊	Hs	108		
バナジウム	V	23	50.9415(1)	
ハフニウム	Hf	72	178.49(2)	
パラジウム	Pd	46	106.42(1)	g
バリウム	Ba	56	137.327(7)	
ビスマス＊	Bi	83	208.98038(2)	
ヒ素	As	33	74.92160(2)	
フェルミウム＊	Fm	100		
フッ素	F	9	18.9984032(5)	
プラセオジム	Pr	59	140.90765(2)	
フランシウム＊	Fr	87		
プルトニウム＊	Pu	94		
プロトアクチニウム＊	Pa	91	231.03588(2)	
プロメチウム＊	Pm	61		
ヘリウム	He	2	4.002602(2)	g r
ベリリウム	Be	4	9.012182(3)	
ホウ素	B	5	10.811(7)	g m r
ボーリウム＊	Bh	107		
ホルミウム	Ho	67	164.93032(2)	
ポロニウム＊	Po	84		

元素名	元素記号	原子番号	原子量	脚注
マイトネリウム＊	Mt	109		
マグネシウム	Mg	12	24.3050(6)	
マンガン	Mn	25	54.938049(9)	
メンデレビウム＊	Md	101		
モリブデン	Mo	42	95.94(2)	g
ユウロピウム	Eu	63	151.964(1)	g
ヨウ素	I	53	126.90447(3)	
ラザホージウム＊	Rf	104		
ラジウム＊	Ra	88		
ラドン＊	Rn	86		
ランタン	La	57	138.9055(2)	g
リチウム	Li	3	〔6.941(2)〕†	g m r
リン	P	15	30.973761(2)	
ルテチウム	Lu	71	174.967(1)	g
ルテニウム	Ru	44	101.07(2)	g
ルビジウム	Rb	37	85.4678(3)	g
レニウム	Re	75	186.207(1)	
レントゲニウム＊	Rg	111		
ロジウム	Rh	45	102.90550(2)	
ローレンシウム＊	Lr	103		

注)

＃：不確かさは（ ）内の数字で表され，有効数字の最後の桁に対応する．例えば，亜鉛の場合の 65.409(4) は 65.409 ± 0.004 を意味する．

＊：安定同位体のない元素．

†：市販品中のリチウム化合物のリチウムの原子量は 6.939 から 6.996 の幅をもつ．これは ^{6}Li を抽出した後のリチウムが試薬として出回っているためである（元素の同位体組成表（2001）の注 b を参照）．より正確な原子量が必要な場合は，個々の物質について測定する必要がある．

g：当該元素の同位体組成が正常な物質が示す変動幅を超えるような地質学的試料が知られている．そのような試料中では当該元素の原子量とこの表の値との差が，表記の不確かさを超えることがある．

m：不詳な，あるいは不適切な同位体分別を受けたために同位体組成が変動した物質が市販品中に見いだされることがある．そのため，当該元素の原子量が表記の値とかなり異なることがある．

r：通常の地球上の物質の同位体組成に変動があるために表記の原子量より精度の良い値を与えることができない．表中の原子量は通常の物質すべてに適用されるものとする．

安定同位体のない元素

この表は，原子量表（2004）で＊を付した安定同位体のない元素についてまとめたものである．

原子番号	元素名	元素記号	同位体の質量数†
43	テクネチウム	Tc	97,98,99
61	プロメチウム	Pm	145,147
83	ビスマス‡	Bi	209
84	ポロニウム	Po	209,210
85	アスタチン	At	210,211
86	ラドン	Rn	211,220,222
87	フランシウム	Fr	223
88	ラジウム	Ra	223,224,226,228
89	アクチニウム	Ac	227
90	トリウム	Th	230,232
91	プロトアクチニウム	Pa	231
92	ウラン	U	233,234,235,236,238
93	ネプツニウム	Np	237,239
94	プルトニウム	Pu	238,239,240,241,242,244
95	アメリシウム	Am	241,243
96	キュリウム	Cm	243,244,245,246,247,248
97	バークリウム	Bk	247,249
98	カリホルニウム	Cf	249,250,251,252
99	アインスタイニウム	Es	252
100	フェルミウム	Fm	257
101	メンデレビウム	Md	256,258
102	ノーベリウム	No	259
103	ローレンシウム	Lr	262
104	ラザホージウム	Rf	261
105	ドブニウム	Db	262
106	シーボーギウム	Sg	263
107	ボーリウム	Bh	264
108	ハッシウム	Hs	269
109	マイトネリウム	Mt	268
110	ダームスタチウム	Ds	269
111	レントゲニウム	Rg	272
112	ウンウンビウム	Uub	277
114	ウンウンクワジウム	Uuq	289
116	ウンウンヘキシウム	Uuh	292

† 現在確認されている同位体の質量数の例．

‡ P. de Marcillac et al.: Experimental Detection of α-particles from the Radioactive Decay of Natural Bismuth. *Nature*, 422.876 (2003).

Standard Atomic Weights 2004

(Scaled to $A_r(^{12}C) = 12$, where ^{12}C is a neutral atom in its nuclear and electronic ground state)

The atomic weights of many elements are not invariant but depend on the origin and treatment of the material. The standard values of $A_r(E)$ and the uncertainties (in parentheses, following the last significant figure to which they are attributed) apply to elements of natural terrestrial origin. The footnotes to this Table elaborate the types of variation which may occur for individual elements and which may be larger than the listed uncertainties of values of $A_r(E)$. Names of elements with atomic number 112 to 116 are provisional.

Name	Symbol	Atomic Number	Atomic Weight	Footnotes	Name	Symbol	Atomic Number	Atomic Weight	Footnotes
Hydrogen	**H**	1	1.00794(7)	gmr	Praseodymium	**Pr**	59	140.90765(2)	
Helium	**He**	2	4.002602(2)	g r	Neodymium	**Nd**	60	144.24(3)	g
Lithium	**Li**	3	〔6.941(2)〕†	gmr	Promethium*	**Pm**	61		
Berylium	**Be**	4	9.012182(3)		Samarium	**Sm**	62	150.36(3)	g
Boron	**B**	5	10.811(7)	gmr	Europium	**Eu**	63	151.964(1)	g
Carbon	**C**	6	12.0107(8)	g r	Gadolinium	**Gd**	64	157.25(3)	g
Nitrogen	**N**	7	14.0067(2)	g r	Terbium	**Tb**	65	158.92534(2)	
Oxygen	**O**	8	15.9994(3)	g r	Dysprosium	**Dy**	66	162.500(1)	g
Fluorine	**F**	9	18.9984032(5)		Holmium	**Ho**	67	164.93032(2)	
Neon	**Ne**	10	20.1797(6)	gm	Erbium	**Er**	68	167.259(3)	g
Sodium	**Na**	11	22.989770(2)		Thulium	**Tm**	69	168.93421(2)	
Magnesium	**Mg**	12	24.3050(6)		Ytterbium	**Yb**	70	173.04(3)	g
Aluminium	**Al**	13	26.981538(2)		Lutetium	**Lu**	71	174.967(1)	g
Silicon	**Si**	14	28.0855(3)	r	Hafnium	**Hf**	72	178.49(2)	
Phosphorus	**P**	15	30.973761(2)		Tantalum	**Ta**	73	180.9479(1)	
Sulfur	**S**	16	32.065(5)	g r	Tungsten	**W**	74	183.84(1)	
Chlorine	**Cl**	17	35.453(2)	gm	(Wolfram)				
Argon	**Ar**	18	39.948(1)	g r	Rhenium	**Re**	75	186.207(1)	
Potassium	**K**	19	39.0983(1)		Osmium	**Os**	76	190.23(3)	g
Calcium	**Ca**	20	40.078(4)	g	Iridium	**Ir**	77	192.217(3)	
Scandium	**Sc**	21	44.955910(8)		Platinum	**Pt**	78	195.078(2)	
Titanium	**Ti**	22	47.867(1)		Gold	**Au**	79	196.96655(2)	
Vanadium	**V**	23	50.9415(1)		Mercury	**Hg**	80	200.59(2)	
Chromium	**Cr**	24	51.9961(6)		Thallium	**Tl**	81	204.3833(2)	
Manganese	**Mn**	25	54.938049(9)		Lead	**Pb**	82	207.2(1)	g r
Iron	**Fe**	26	55.845(2)		Bismuth	**Bi**	83	208.98038(2)	
Cobalt	**Co**	27	58.933200(9)		Polonium*	**Po**	84		
Nickel	**Ni**	28	58.6934(2)		Astatine*	**At**	85		
Copper	**Cu**	29	63.546(3)	r	Radon*	**Rn**	86		
Zinc	**Zn**	30	65.409(4)		Francium*	**Fr**	87		
Gallium	**Ga**	31	69.723(1)		Radium*	**Ra**	88		
Germanium	**Ge**	32	72.64(1)		Actinium*	**Ac**	89		
Arsenic	**As**	33	74.92160(2)		Thorium*	**Th**	90	232.0381(1)	g
Selenium	**Se**	34	78.96(3)	r	Protactinium*	**Pa**	91	231.03588(2)	
Bromine	**Br**	35	79.904(1)		Uranium*	**U**	92	238.02891(3)	gm
Krypton	**Kr**	36	83.798(2)	gm	Neptunium*	**Np**	93		
Rubidium	**Rb**	37	85.4678(3)	g	Plutonium*	**Pu**	94		
Strontium	**Sr**	38	87.62(1)	g r	Americium*	**Am**	95		
Yttrium	**Y**	39	88.90585(2)		Curium*	**Cm**	96		
Zirconium	**Zr**	40	91.224(2)	g	Berkelium*	**Bk**	97		
Niobium	**Nb**	41	92.90638(2)		Californium*	**Cf**	98		
Molybdenum	**Mo**	42	95.94(2)	g	Einsteinium*	**Es**	99		
Technetium*	**Tc**	43			Fermium*	**Fm**	100		
Ruthenium	**Ru**	44	101.07(2)	g	Mendelevium*	**Md**	101		
Rhodium	**Rh**	45	102.90550(2)		Nobelium*	**No**	102		
Palladium	**Pd**	46	106.42(1)	g	Lawrencium*	**Lr**	103		
Silver	**Ag**	47	107.8682(2)	g	Rutherfordium*	**Rf**	104		
Cadmium	**Cd**	48	112.411(8)	g	Dubnium*	**Db**	105		
Indium	**In**	49	114.818(3)		Seaborgium*	**Sg**	106		
Tin	**Sn**	50	118.710(7)	g	Bohrium*	**Bh**	107		
Antimony	**Sb**	51	121.760(1)	g	Hassium*	**Hs**	108		
Tellurium	**Te**	52	127.60(3)	g	Meitnerium*	**Mt**	109		
Iodine	**I**	53	126.90447(3)		Darmstadtium*	**Ds**	110		
Xenon	**Xe**	54	131.293(6)	gm	Roentgenium*	**Rg**	111		
Caesium	**Cs**	55	132.90545(2)		Ununbium*	**Uub**	112		
Barium	**Ba**	56	137.327(7)		Ununquadium*	**Uuq**	114		
Lanthanum	**La**	57	138.9055(2)	g	Ununhexium*	**Uuh**	116		
Cerium	**Ce**	58	140.116(1)	g					

*：Element has no stable isotopes.

†：Commercially available Li materials have atomic weights that range between 6.939 and 6.996; if a more accurate value is required, it must be determined for the specific material.

g：geological specimens are known in which the element has an isotopic composition outside the limits for normal material. The difference between the atomic weight of the element in such specimens and that given in the Table may exceed the stated uncertainty.

m：modified isotopic compositions may be found in commercially available material because it has been subjected to an undisclosed or inadvertent isotopic fractionation. Substantial deviations in atomic weight of the element from that given in the Table can occur.

r：range in isotopic composition of normal terrestrial material prevents a more precise $A_r(E)$ being given：the tabulated $A_r(E)$ value should be applicable to any normal material.

©日本化学会原子量小委員会

索　　引

日　本　名　索　引

＊イタリック体は製剤総則，一般試験法及び参考情報，ゴチックイタリック体は医薬品各条の頁を示す．

ア

アウリントリカルボン酸アンモニウム ……*135*
亜鉛 ……*135*
亜鉛（標準試薬） ……*135*
亜鉛，ヒ素分析用 ……*135*
亜鉛，無ヒ素 ……*135*
0.1 mol/L 亜鉛液 ……*122*
亜鉛華 ……***538***
亜鉛華デンプン ……***253***
亜鉛華軟膏 ……***253***
亜鉛標準原液 ……*133*
亜鉛標準液 ……*133*
亜鉛標準液，原子吸光光度用 ……*133*
亜鉛粉末 ……*135*
亜鉛末 ……*135*
アカメガシワ ……***1173***
アクチノマイシン D……***253***
アクラルビシン塩酸塩 ……***254***
アクリノール……*135*,***255***
アクリノール・亜鉛華軟膏 ……***256***
アクリノール・チンク油 ……***256***
アクリノール酸化亜鉛軟膏 ……***256***
アクリノール水和物 ……***255***
アクリルアミド ……*135*
アコニチン，純度試験用 ……*135*
アザチオプリン ……***257***
アザチオプリン錠 ……***258***
亜酸化窒素……*136*,***259***
アジスロマイシン ……***260***
アジスロマイシン水和物 ……***260***
亜ジチオン酸ナトリウム ……*136*
アジピン酸 ……*136*
アジピン酸ピペラジン ……***892***
アジマリン ……***261***
アジマリン，定量用 ……*136*
アジマリン錠 ……***261***
亜硝酸アミル ……***262***
亜硝酸カリウム ……*136*
亜硝酸ナトリウム ……*136*
0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 ……*122*
亜硝酸ナトリウム試液 ……*136*
アスコルビン酸……*136*,***262***
L–アスコルビン酸 ……*136*
アスコルビン酸，鉄試験用 ……*136*
アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL ……*136*
アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL ……*136*
アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL ……*136*
L–アスコルビン酸・塩酸試液，0.012 g/dL ……*136*
L–アスコルビン酸・塩酸試液，0.02 g/dL ……*136*
L–アスコルビン酸・塩酸試液，0.05 g/dL ……*136*
アスコルビン酸散 ……***263***
アスコルビン酸注射液 ……***263***
アストラガロシドⅣ，薄層クロマトグラフィー用 ……*136*
アズトレオナム ……***264***
アストロマイシン硫酸塩 ……***265***
アスパラギン酸 ……*136*
DL–アスパラギン酸 ……*136*
L–アスパラギン酸……*136*,***266***
アスピリン……*136*,***267***
アスピリンアルミニウム ……***268***
アスピリン錠 ……***268***
アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ ……***429***
アスポキシシリン ……***269***
アスポキシシリン水和物 ……***269***
アセグルタミドアルミニウム ……***270***
アセタゾラミド ……***271***
アセタゾールアミド ……***271***
アセタール ……*136*
アセチルアセトン ……*137*
アセチルアセトン試液 ……*137*
アセチルキタサマイシン ……***447***
アセチルサリチル酸 ……***267***
アセチルサリチル酸アルミニウム ……***268***
アセチルサリチル酸錠 ……***268***
アセチルスピラマイシン ……***606***
アセチルロイコマイシン ……***447***
アセチレン ……*137*
p–アセトアニシジド ……*137*
アセトアニリド ……*137*
2–アセトアミドグルタルイミド ……*137*
アセトアミノフェン……*137*,***273***
アセトアルデヒド ……*137*
アセトアルデヒド，ガスクロマトグラフィー用 ……*137*
アセトアルデヒド，定量用 ……*137*
アセトニトリル ……*137*
アセトニトリル，液体クロマトグラフィー用 ……*137*
アセトヘキサミド ……***273***
アセトリゾン酸 ……*137*
アセトン ……*137*
アセトン，生薬純度試験用 ……*137*
アセトン，非水滴定用 ……*137*
アセナフテン ……*138*
アセブトロール塩酸塩 ……***275***
亜セレン酸 ……*138*
亜セレン酸・硫酸試液 ……*138*
亜セレン酸ナトリウム ……*138*
アセンヤク ……***1173***
阿仙薬 ……***1173***

アセンヤク末 ……**1173**
阿仙薬末 ……**1173**
アテノロール ……**276**
亜テルル酸カリウム ……138
アトラクチレノリドⅢ，薄層クロマトグラフィー用 ……138
アドレナリン ……**276**
アドレナリン液 ……**277**
アドレナリン注射液 ……**277**
アトロピン硫酸塩 ……**278**
アトロピン硫酸塩水和物 ……**278**
アトロピン硫酸塩注射液 ……**279**
p-アニスアルデヒド ……138
p-アニスアルデヒド・酢酸試液 ……138
p-アニスアルデヒド・硫酸試液 ……138
アニソール ……138
アニリン ……138
アネスタミン ……**293**
亜ヒ酸 ……**541**
亜ヒ酸パスタ ……**280**
アフロクアロン ……**280**
アフロクァロン ……**280**
アプロチニン ……138
アプロチニン試液 ……139
アヘン・トコン散 ……**1173**
アヘンアルカロイド・アトロピン注射液 ……**283**
アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液 ……**285**
アヘンアルカロイド塩酸塩 ……**282**
アヘンアルカロイド塩酸塩注射液 ……**283**
アヘン散 ……**282**
アヘンチンキ ……**282**
アヘン末 ……**281**
α-アポオキシテトラサイクリン ……139
β-アポオキシテトラサイクリン……139
アマチャ ……**1174**
甘茶 ……**1174**
アマチャ末 ……**1174**
甘茶末 ……**1174**
アマンタジン塩酸塩 ……**287**
アミカシン硫酸塩 ……**288**
アミグダリン，薄層クロマトグラフィー用 ……139
アミドトリゾ酸 ……**289**
アミドトリゾ酸，定量用 ……139
アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液 ……**290**
アミドトリゾ酸メグルミン注射液 ……**291**
アミトリプチリン塩酸塩 ……**292**
アミトリプチリン塩酸塩錠 ……**292**
アミド硫酸（標準試薬） ……139
アミド硫酸アンモニウム ……139
アミド硫酸アンモニウム試液 ……139
4-アミノアセトフェノン ……139
p-アミノアセトフェノン ……139
4-アミノアセトフェノン試液 ……139
p-アミノアセトフェノン試液 ……139
4-アミノ安息香酸 ……139
p-アミノ安息香酸 ……139
4-アミノ安息香酸イソプロピル ……139
p-アミノ安息香酸イソプロピル ……139
アミノ安息香酸エチル……139，**293**
4-アミノアンチピリン ……139
4-アミノアンチピリン試液 ……139
2-アミノエタノール ……139
2-アミノエタンチオール塩酸塩 ……139
3-(2-アミノエチル)インドール ……139
アミノエチルスルホン酸 ……**701**
2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン，
　薄層クロマトグラフィー用 ……139
アミノ酢酸 ……**464**
アミノ酸分析法 ……1573
アミノ酸分析用無水ヒドラジン ……139
L-2-アミノスベリン酸 ……139
1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 ……140
1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 ……140
2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール ……140
2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール
　塩酸塩 ……140
アミノフィリン ……**293**
アミノフィリン水和物 ……**293**
アミノフィリン注射液 ……**294**
3-アミノフェノール ……140
m-アミノフェノール ……140
2-アミノ-1-ブタノール ……140
アミノプロピルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……245
アミノプロピルシリル化シリカゲル，前処理用 ……140
N-アミノヘキサメチレンイミン ……140
アミノベンジルペニシリン ……**317**
アミノベンジルペニシリンナトリウム ……**319**
4-アミノメチル安息香酸 ……140
n-アミルアルコール ……140
t-アミルアルコール ……140
アミルアルコール，イソ ……140
アミルアルコール，第三 ……140
アムホテリシン B……**295**
アムホテリシン B 錠 ……**296**
アムホテリシン B シロップ ……**296**
アモキサピン ……**297**
アモキシシリン……140，**297**
アモキシシリン水和物 ……**297**
アモバルビタール ……**298**
アラセプリル……140，**300**
アラセプリル，定量用 ……140
アラセプリル錠 ……**301**
L-アラニン ……140
アラビアゴム ……**1174**
アラビアゴム末 ……**1175**
L-アラビノース ……140
アリザリン S……140
アリザリン S 試液 ……140
アリザリンエロー GG ……140
アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 ……140
アリザリンエロー GG 試液 ……140
アリザリンコンプレキソン ……140
アリザリンコンプレキソン試液 ……140
アリザリンレッド S……141
アリザリンレッド S 試液 ……141
アリストロキア酸Ⅰ，生薬純度試験用 ……141

アリストロキア酸について ……1579
アリソール A，薄層クロマトグラフィー用……141
アリメマジン酒石酸塩 ……302
亜硫酸水 ……141
亜硫酸水素ナトリウム……141，302
亜硫酸水素ナトリウム試液 ……141
亜硫酸ナトリウム ……141
亜硫酸ナトリウム，無水 ……141
亜硫酸ナトリウム試液，1 mol/L ……141
亜硫酸ナトリウム七水和物 ……141
亜硫酸ビスマス・インジケーター ……141
アルカリ性 1,3-ジニトロベンゼン試液 ……141
アルカリ性　*m*-ジニトロベンゼン試液 ……141
アルカリ性銅試液 ……141
アルカリ性銅溶液 ……141
アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 ……141
アルカリ性ピクリン酸試液 ……141
アルカリ性ヒドロキシルアミン試液 ……141
アルカリ性フェノールフタレイン試液 ……141
アルカリ性フェリシアン化カリウム試液 ……141
アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液 ……141
アルカリ性ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 ……141
アルカリ性硫酸銅試液 ……141
アルカリ銅試液 ……141
L-アルギニン……141，303
L-アルギニン塩酸塩 ……304
L-アルギニン塩酸塩注射液 ……305
アルキレングリコールフタル酸エステル，
　ガスクロマトグラフィー用 ……141
アルコール ……366
アルコール数測定法 ……17
アルコール数測定用エタノール ……141
アルジオキサ ……305
アルセナゾⅢ ……141
アルセナゾⅢ試液 ……141
アルデヒドデヒドロゲナーゼ ……141
アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液 ……142
RPMI-1640 粉末培地 ……142
アルビフロリン ……142
アルブチン，成分含量測定用 ……142
アルブチン，薄層クロマトグラフィー用 ……142
アルブミン試液 ……142
アルプラゾラム ……306
アルプレノロール塩酸塩 ……307
アルプロスタジル ……307
アルプロスタジル　アルファデクス ……308
アルプロスタジルアルファデクス ……308
アルベカシン硫酸塩 ……310
アルベカシン硫酸塩注射液 ……311
α-アルミナ，熱分析用 ……248
α-アルミナ，比表面積測定用 ……248
アルミニウム ……142
アルミニウム標準原液 ……133
アルミノン ……142
アルミノン試液 ……142
アロエ ……1175
アロエ末 ……1176
アロチノロール塩酸塩 ……311
アロプリノール ……312
安息香酸……142，313
安息香酸イソアミル ……142
安息香酸イソプロピル ……142
安息香酸エストラジオール ……361
安息香酸エストラジオール水性懸濁注射液 ……362
安息香酸エストラジオール注射液 ……362
安息香酸エチル ……142
安息香酸コレステロール ……142
安息香酸ナトリウム……142，313
安息香酸ナトリウムカフェイン ……314
安息香酸フェニル ……142
安息香酸プロピル ……142
安息香酸ベンジル……142，315
安息香酸メチル ……143
安息香酸メチル，エストリオール試験用 ……143
アンソッコウ ……1177
安息香 ……1177
アンチトロンビンⅢ ……143
アンチトロンビンⅢ試液 ……143
アンチピリン……143，316
アントロン ……143
アントロン試液 ……143
アンナカ ……314
アンピシリン ……317
アンピシリン水和物 ……317
アンピシリンナトリウム ……319
アンベノニウム塩化物 ……320
アンミントリクロロ白金酸アンモニウム，
　液体クロマトグラフィー用 ……143
アンモニア・ウイキョウ精 ……1177
アンモニア・エタノール試液 ……143
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 8.0 ……143
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 10.0 ……143
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 10.7 ……143
アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液，pH 11.0 ……143
アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 8.0 ……143
アンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 8.5 ……143
アンモニアガス ……143
アンモニア試液 ……143
アンモニア試液，1 mol/L ……143
アンモニア試液，13.5 mol/L ……143
アンモニア水……143，320
アンモニア水（28） ……143
アンモニア水，1 mol/L ……143
アンモニア水，13.5 mol/L ……143
アンモニア水，強 ……143
アンモニア銅試液 ……143
アンモニア飽和 1-ブタノール試液 ……144
アンモニウム試験法 ……18
アンモニウム試験用次亜塩素酸ナトリウム試液 ……144
アンモニウム試験用精製水 ……144
アンモニウム標準液 ……133

イ

EMB 平板培地 ……144
イオウ……144，321

イオウ・カンフルローション ……321
イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏 ……322
イオタラム酸 ……322
イオタラム酸，定量用 ……144
イオタラム酸ナトリウム注射液 ……323
イオタラム酸メグルミン注射液 ……324
イオトロクス酸 ……325
イオパミドール ……325
イオポダートナトリウム，定量用 ……144
イカリイン，薄層クロマトグラフィー用 ……144
イクタモール ……327
イコサペント酸エチル ……327
イサチン ……144
イセパマイシン硫酸塩 ……329
イソアミルアルコール ……144
イソオクタン ……144
イソソルビド ……330
イソソルビド硝酸エステル ……586
イソソルビド硝酸エステル錠 ……586
イソニアジド ……144,331
イソニアジド，定量用 ……144
イソニアジド試液 ……144
イソニアジド錠 ……331
イソニアジド注射液 ……332
イソニコチン酸 ……144
イソニコチン酸アミド ……144
イソフェンインシュリン水性懸濁注射液 ……332
イソフェンインスリン水性懸濁注射液 ……332
イソブタノール ……144
イソフルラン ……333
l–イソプレナリン塩酸塩 ……335
イソプロパノール ……144,335
イソプロパノール，液体クロマトグラフィー用 ……144
イソプロピルアミン ……144
イソプロピルアミン・エタノール試液 ……144
イソプロピルアルコール ……335
イソプロピルアンチピリン ……336
イソプロピルエーテル ……144
L–イソロイシン ……144,336
イダルビシン塩酸塩 ……337
胃腸薬の pH 試験法 ……1579
一硫酸カナマイシン ……422
一酸化炭素 ……144
一酸化窒素 ……144
一酸化鉛 ……144
一臭化ヨウ素 ……144
EDTA ナトリウム ……376
遺伝子解析による微生物の迅速同定法 ……1580
イドクスウリジン ……338
イドクスウリジン点眼液 ……339
イフェンプロジル酒石酸塩 ……340
イブプロフェン ……144,341
イプラトロピウム臭化物 ……341
イプラトロピウム臭化物水和物 ……341
イミダゾール ……144
イミダゾール，薄層クロマトグラフィー用 ……144
イミダゾール試液 ……144
イミノジベンジル ……144
イミプラミン塩酸塩 ……342
イミプラミン塩酸塩錠 ……343
イミペネム ……344
イミペネム水和物 ……344
医薬品の残留溶媒ガイドライン，
　残留溶媒試験法及び医薬品各条記載例 ……1581
イレイセン ……1177
威霊仙 ……1177
色の比較液 ……134,135
インジウム，熱分析用 ……248
インジゴカルミン ……144,346
インジゴカルミン試液 ……144
インジゴカルミン注射液 ……346
インシュリン ……347
インシュリン亜鉛水性懸濁注射液 ……349
インシュリン注射液 ……348
インスリン ……347
インスリン亜鉛水性懸濁注射液 ……349
インスリン注射液 ……348
インターロイキン–2 依存性マウス
　ナチュラルキラー細胞 NKC 3 ……144
インチンコウ ……1178
茵陳蒿 ……1178
インデノロール塩酸塩 ……352
インドメタシン ……144,353
インドメタシンカプセル ……353
インドメタシン坐剤 ……354
2,3–インドリンジオン ……144
インフルエンザ HA ワクチン ……355
インヨウカク ……1178
淫羊藿 ……1178

ウ

ウィイス試液 ……145
ウイキョウ ……1179
茴香 ……1179
ウイキョウ末 ……1179
茴香末 ……1179
ウイキョウ油 ……1179
ウコン ……1180
鬱金 ……1180
ウサギ脱繊維血 ……145
ウシ血清 ……145
ウシ血清アルブミン ……145
ウシ血清アルブミン，ウリナスタチン試験用 ……145
ウシ血清アルブミン，定量用 ……145
ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液，
　pH 7.2 ……145
ウシ血清アルブミン・生理食塩液 ……145
1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・
　塩化ナトリウム試液 ……145
ウシ血清アルブミン加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 …145
ウシ血清アルブミン試液，セクレチン標準品用 ……145
ウシ血清アルブミン試液，セクレチン用 ……145
ウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ……145
ウシ胎児血清 ……145
ウシ由来活性化血液凝固 X 因子 ……145

薄めたエタノール ……145
馬血清 ……208
ウヤク ……1180
烏薬 ……1180
ウラシル ……145
ウラピジル ……355
ウリナスタチン ……355
ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン ……145
ウリナスタチン試験用トリプシン試液 ……145
ウリナスタチン定量用結晶トリプシン ……145
ウルソデオキシコール酸……145,357
ウルソデスオキシコール酸 ……357
ウレタン ……145
ウロキナーゼ ……358
ウワウルシ ……1180
ウワウルシ流エキス ……1181

エ

エアゾール剤 ……9
エイジツ ……1181
営実 ……1181
エイジツ末 ……1181
営実末 ……1181
エオシン ……145
エオシンメチレンブルーカンテン培地 ……145
エオシン Y……145
A 型赤血球浮遊液……145
液剤 ……9
液状石炭酸 ……922
液状チオグリコール酸培地 ……145
液状フェノール ……922
エキス剤 ……9
液体クロマトグラフィー ……32
液体クロマトグラフィー用アセトニトリル ……145
液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲル ……245
液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウム ……145
液体クロマトグラフィー用イソプロパノール ……145
液体クロマトグラフィー用エレウテロシド B……145
液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル ……245
液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル ……245
液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー ……246
液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル …246
液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 ……246
液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲル …246
液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %）……246
液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %）……246
液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子 ……246
液体クロマトグラフィー用ジビニルベンゼン–メタクリラート共重合体 ……246
液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*–ジメチルホルムアミド…146
液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂 ……246
液体クロマトグラフィー用シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用スチレン–ジビニルベンゼン共重合体 ……246
液体クロマトグラフィー用セルモロイキン ……146
液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用 2′–デオキシウリジン ……146
液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン ……146
液体クロマトグラフィー用トリプシン ……146
液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲル …246
液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲル …246
液体クロマトグラフィー用 2–プロパノール ……146
液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲル ……246
液体クロマトグラフィー用ヘキサン ……146
液体クロマトグラフィー用 *n*–ヘキサン ……146
液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズ ……246
液体クロマトグラフィー用メタノール ……146
液体クロマトグラフィー用 1–メチル–1*H*–テトラゾール–5–チオール ……146
液体クロマトグラフィー用 5–ヨードウラシル ……146
エコチオパートヨウ化物 ……359
エスタゾラム ……360
SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法 ……1583
エストラジオール安息香酸エステル ……361
エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液 ……362
エストラジオール安息香酸エステル注射液 ……362
エストリオール ……363
エストリオール試験用安息香酸メチル ……146
エストリオール錠 ……363
エストリオール水性懸濁注射液 ……364
エタクリン酸 ……365
エタクリン酸，定量用 ……146
エタクリン酸錠 ……365
エタノール……146,366
エタノール（95） ……146
エタノール（99.5）……146
エタノール，薄めた ……146
エタノール，ガスクロマトグラフィー用 ……146
エタノール，希 ……146
エタノール，消毒用 ……146
エタノール，中和 ……146
エタノール，無アルデヒド ……146
エタノール，無水 ……146
エタノール，メタノール不含 ……146

エタノール（95），メタノール不含 ……146
エタノール・生理食塩液 ……146
エタノール不含クロロホルム ……146
エタンブトール塩酸塩 ……368
エチオナミド ……369
エチゾラム ……369
エチドロン酸二ナトリウム ……370
エチドロン酸二ナトリウム，定量用 ……146
エチドロン酸二ナトリウム錠 ……371
エチニルエストラジオール……146，372
エチニルエストラジオール錠 ……372
エチルコハク酸エリスロマイシン ……389
L-エチルシステイン塩酸塩 ……373
エチル炭酸キニーネ ……450
2-エチル-2-フェニルマロンジアミド ……146
エチルベンゼン ……146
N-エチルマレイミド ……146
エチルモルヒネ塩酸塩 ……374
エチルモルヒネ塩酸塩水和物 ……374
エチレフリン塩酸塩 ……375
エチレフリン塩酸塩錠 ……375
エチレングリコール ……146
エチレングリコール，水分測定用 ……146
エチレンジアミン……146，376
エチレンジアミン試液 ……146
0.1 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液 ……122
0.05 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液 ……123
0.02 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液 ……123
0.01 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液 ……123
0.001 mol/L エチレンジアミン
四酢酸二水素二ナトリウム液 ……123
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，
0.04 mol/L ……146
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，
0.1 mol/L ……146
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，
0.4 mol/L，pH 8.5 ……147
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ……147
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム……147，376
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛 ……147
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物 ……147
0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……123
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……123
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……123
0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……123
0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 ……123
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液，0.1 mol/L …147
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 ……147
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅四水和物 ……147
エデト酸ナトリウム ……376
エデト酸ナトリウム水和物 ……376
エーテル……147，377
エーテル，生薬純度試験用 ……147
エーテル，麻酔用 ……147
エーテル，無水 ……147
エテンザミド……147，378
3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド ……147
4-エトキシフェノール ……147
p-エトキシフェノール ……147
エトキシベンズアミド ……378
エトスクシミド ……379
エトドラク ……379
エトポシド ……380
エドロホニウム塩化物 ……381
エドロホニウム塩化物注射液 ……382
エナント酸テストステロン ……743
エナント酸テストステロン注射液 ……743
エナント酸フルフェナジン ……955
エナント酸メテノロン ……147，1084
エナント酸メテノロン，定量用 ……147
エナント酸メテノロン注射液 ……1084
NN 指示薬 ……148
エノキサシン ……382
エノキサシン水和物 ……382
4-エピオキシテトラサイクリン ……148
エピネフリン ……276
エピネフリン液 ……277
エピネフリン注射液 ……277
エピリゾール ……383
エピルビシン塩酸塩 ……384
エフェドリン塩酸塩 ……385
エフェドリン塩酸塩散 10 % ……386
エフェドリン塩酸塩錠 ……386
エフェドリン塩酸塩注射液 ……387
エペリゾン塩酸塩 ……387
MTT 試液 ……148
エリオクロムブラック T……148
エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬……148
エリオクロムブラック T 試液 ……148
エリキシル剤 ……10
エリスロマイシン ……388
エリスロマイシン B……148
エリスロマイシン C……148
エリスロマイシンエチルコハク酸エステル ……389
エリスロマイシンステアリン酸塩 ……390
エリスロマイシンラクトビオン酸塩 ……391
エルカトニン ……391
エルカトニン試験用トリプシン試液 ……148
エルゴカルシフェロール ……394
エルゴタミン酒石酸塩 ……395
エルゴメトリンマレイン酸塩 ……396
エルゴメトリンマレイン酸塩錠 ……396
エルゴメトリンマレイン酸塩注射液 ……397
エレウテロシド B，液体クロマトグラフィー用……148
塩化亜鉛……148，398
塩化亜鉛試液 ……148
塩化亜鉛試液，0.04 mol/L ……148
塩化アルミニウム ……148
塩化アルミニウム（Ⅲ）六水和物 ……148
塩化アルミニウム試液 ……148
塩化アルミニウム（Ⅲ）試液 ……148
塩化アンチモン（Ⅲ） ……148

塩化アンチモン（Ⅲ）試液 ……148
塩化アンベノニウム ……**320**
塩化アンモニウム ……149
塩化アンモニウム・アンモニア試液 ……149
塩化アンモニウム緩衝液，pH 10 ……149
塩化アンモニウム試液 ……149
塩化インジウム（^{111}In）注射液 ……**398**
塩化エドロホニウム ……**381**
塩化エドロホニウム注射液 ……**382**
塩化カリウム……149，**398**
塩化カリウム，赤外吸収スペクトル用 ……149
塩化カリウム，導電率測定用 ……149
塩化カリウム・塩酸緩衝液 ……149
塩化カリウム試液，0.2 mol/L ……149
塩化カリウム試液，酸性 ……149
塩化カルシウム……149，**399**
塩化カルシウム，乾燥用 ……149
塩化カルシウム，水分測定用 ……149
塩化カルシウム試液 ……149
塩化カルシウム水和物 ……**399**
塩化カルシウム注射液 ……**399**
塩化カルシウム二水和物 ……149
塩化金酸 ……149
塩化金酸試液 ……149
塩化コバルト ……149
塩化コバルト・エタノール試液 ……149
塩化コバルト（Ⅱ）・エタノール試液 ……149
塩化コバルト試液 ……149
塩化コバルト（Ⅱ）試液 ……149
塩化コバルトの色の比較原液 ……134
塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 ……134
塩化コバルト（Ⅱ）六水和物 ……149
塩化コリン ……149
塩化水銀（Ⅱ） ……149
塩化水銀（Ⅱ）試液 ……149
塩化水素・エタノール試液 ……149
塩化スキサメトニウム ……**599**
塩化スキサメトニウム，薄層クロマトグラフィー用 ……149
塩化スキサメトニウム注射液 ……**600**
塩化スズ（Ⅱ）・塩酸試液 ……149
塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 ……149
塩化スズ（Ⅱ）試液 ……149
塩化スズ（Ⅱ）試液，酸性 ……149
塩化スズ（Ⅱ）二水和物 ……149
塩化ストロンチウム ……149
塩化第一スズ ……149
塩化第一スズ・硫酸試液 ……149
塩化第一スズ試液 ……149
塩化第一スズ試液，酸性 ……149
塩化第二水銀 ……149
塩化第二鉄 ……149
塩化第二鉄・酢酸試液 ……149
塩化第二鉄・ピリジン試液，無水 ……149
塩化第二鉄・メタノール試液 ……149
塩化第二鉄・ヨウ素試液 ……149
塩化第二鉄試液 ……149
塩化第二鉄試液，希 ……149
塩化第二鉄試液，酸性 ……149
塩化第二鉄の色の比較原液 ……135
塩化第二銅 ……149
塩化第二銅・アセトン試液 ……149
塩化タリウム（^{201}Tl）注射液 ……**399**
塩化チオニル ……149
塩化チタン（Ⅲ）（20） ……149
塩化チタン（Ⅲ）・硫酸試液 ……150
0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 ……123
塩化チタン（Ⅲ）試液 ……149
塩化ツボクラリン ……**731**
塩化ツボクラリン注射液 ……**732**
塩化鉄（Ⅲ）・酢酸試液 ……150
塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液，無水 ……150
塩化鉄（Ⅲ）・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 ……150
塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液 ……150
塩化鉄（Ⅲ）・ヨウ素試液 ……150
塩化鉄（Ⅲ）試液 ……150
塩化鉄（Ⅲ）試液，希 ……150
塩化鉄（Ⅲ）試液，酸性 ……150
塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 ……135
塩化鉄（Ⅲ）六水和物 ……150
塩化テトラ *n*-ブチルアンモニウム ……150
塩化銅（Ⅱ）・アセトン試液 ……150
塩化銅（Ⅱ）二水和物 ……150
塩化トリフェニルテトラゾリウム ……150
塩化トリフェニルテトラゾリウム試液 ……150
塩化ナトリウム……150，**400**
塩化ナトリウム試液 ……150
塩化ナトリウム試液，0.1 mol/L ……150
塩化ナトリウム試液，1 mol/L ……150
0.9 % 塩化ナトリウム注射液 ……**626**
10 % 塩化ナトリウム注射液 ……**401**
塩化ナトリウム（標準試薬） ……150
塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液 ……150
塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液，噴霧用 ……150
塩化白金酸 ……150
塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液 ……150
塩化白金酸試液 ……150
塩化パラジウム ……150
塩化パラジウム（Ⅱ） ……150
塩化パラジウム試液 ……150
塩化パラジウム（Ⅱ）試液 ……150
塩化バリウム ……150
0.1 mol/L 塩化バリウム液 ……123
0.02 mol/L 塩化バリウム液 ……124
0.01 mol/L 塩化バリウム液 ……124
塩化バリウム試液 ……150
塩化バリウム二水和物 ……150
塩化パルマチン ……150
塩化ビニル ……150
塩化ビニル標準液 ……133
塩化 *n*-ブチル ……150
塩化物試験法 ……19
塩化ベタネコール ……**997**
塩化ベルベリン ……150，**1018**
塩化ベルベリン，薄層クロマトグラフィー用 ……150
塩化ベンザルコニウム ……151，**1019**
塩化ベンザルコニウム液 ……**1020**

塩化ベンゼトニウム ……***1025***
塩化ベンゼトニウム，定量用 ……*151*
塩化ベンゼトニウム液 ……***1026***
塩化ベンゾイル ……*151*
塩化マグネシウム ……*151*
0.05 mol/L 塩化マグネシウム液 ……*124*
0.01 mol/L 塩化マグネシウム液 ……*124*
塩化マグネシウム六水和物 ……*151*
塩化メチルロザニリン ……*151*, ***1083***
塩化メチルロザニリン試液 ……*151*
塩化リゾチーム ……***1132***
塩化リゾチーム用基質試液 ……*151*
塩化リチウム ……*151*
エンゴサク ……***1182***
延胡索 ……***1182***
塩酸……*151*, ***401***
2 mol/L 塩酸……*124*
1 mol/L 塩酸……*124*
0.5 mol/L 塩酸 ……*124*
0.2 mol/L 塩酸 ……*124*
0.1 mol/L 塩酸 ……*124*
0.05 mol/L 塩酸 ……*125*
0.02 mol/L 塩酸 ……*125*
0.01 mol/L 塩酸 ……*125*
0.001 mol/L 塩酸 ……*125*
塩酸，希 ……*151*
塩酸，精製 ……*151*
塩酸・エタノール試液 ……*151*
塩酸・塩化カリウム緩衝液，pH 2.0 ……*152*
塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 3.5 ……*152*
塩酸・2-プロパノール試液 ……*154*
塩酸・メタノール試液，0.01 mol/L ……*155*
塩酸・メタノール試液，0.05 mol/L ……*155*
塩酸アクラルビシン ……***254***
塩酸アセブトロール ……***275***
塩酸アドレナリン液 ……***277***
塩酸アドレナリン注射液 ……***277***
塩酸アヘンアルカロイド ……***282***
塩酸アヘンアルカロイド注射液 ……***283***
塩酸アマンタジン ……***287***
塩酸アミトリプチリン ……***292***
塩酸アミトリプチリン錠 ……***292***
塩酸 4-アミノアンチピリン ……*151*
塩酸 4-アミノアンチピリン試液 ……*151*
塩酸 4-アミノフェノール ……*151*
塩酸 *p*-アミノフェノール ……*151*
塩酸アルギニン ……***304***
塩酸 L-アルギニン ……*151*, ***304***
塩酸アルギニン注射液 ……***305***
塩酸 L-アルギニン注射液 ……***305***
塩酸アルプレノロール ……***307***
塩酸アロチノロール ……***311***
塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル ……***836***
塩酸アンピシリンフタリジル ……***702***
l-塩酸イソプレナリン ……***335***
l-塩酸イソプロテレノール ……***335***
塩酸イソプロメタジン，薄層クロマトグラフィー用 ……*151*
塩酸イダルビシン ……***337***
塩酸イプロベラトリル ……***1014***
塩酸イミプラミン……*151*, ***342***
塩酸イミプラミン錠 ……***343***
塩酸インデノロール ……***352***
塩酸エカラジン ……***770***
塩酸エタンブトール ……***368***
塩酸エチルシステイン ……***373***
塩酸 L-エチルシステイン ……***373***
塩酸エチルモルヒネ ……***374***
塩酸エチレフリン……*151*, ***375***
塩酸エチレフリン，定量用 ……*151*
塩酸エチレフリン錠 ……***375***
塩酸 6-エピドキシサイクリン ……*151*
塩酸エピネフリン液 ……***277***
塩酸エピネフリン注射液 ……***277***
塩酸エピルビシン ……***384***
塩酸エフェドリン……*151*, ***385***
塩酸エフェドリン，定量用 ……*151*
塩酸エフェドリン散 ……***386***
塩酸エフェドリン散 10 % ……***386***
塩酸エフェドリン錠 ……***386***
塩酸エフェドリン注射液 ……***387***
塩酸エペリゾン ……***387***
塩酸エメチン，成分含量測定用 ……*151*
塩酸オキシコドン ……***406***
塩酸オキシコドン，定量用 ……*152*
塩酸オキシテトラサイクリン ……***409***
塩酸オキシブプロカイン ……***414***
塩酸オクスプレノロール ……***416***
塩酸カルテオロール ……***433***
塩酸キニーネ ……***451***
塩酸クリンダマイシン ……***469***
塩酸クリンダマイシンカプセル ……***469***
塩酸クロカプラミン ……***475***
塩酸クロコナゾール ……***478***
塩酸クロニジン ……***482***
塩酸クロフェダノール ……***484***
塩酸クロペラスチン ……***485***
塩酸クロミプラミン ……***487***
塩酸クロルプロマジン ……***501***
塩酸クロルプロマジン，定量用 ……*152*
塩酸クロルプロマジン錠 ……***501***
塩酸クロルプロマジン注射液 ……***502***
塩酸クロルヘキシジン ……***503***
塩酸ケタミン ……***509***
塩酸コカイン ……***515***
塩酸 2,4-ジアミノフェノール ……*152*
塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液 ……*152*
塩酸試液，0.001 mol/L ……*152*
塩酸試液，0.01 mol/L ……*152*
塩酸試液，0.02 mol/L ……*152*
塩酸試液，0.05 mol/L ……*152*
塩酸試液，0.1 mol/L ……*152*
塩酸試液，0.2 mol/L ……*152*
塩酸試液，0.5 mol/L ……*152*
塩酸試液，1 mol/L ……*152*
塩酸試液，2 mol/L ……*152*
塩酸試液，3 mol/L ……*152*

塩酸試液，5 mol/L ……152
塩酸試液，6 mol/L ……152
塩酸試液，7.5 mol/L ……152
塩酸試液，10 mol/L……152
塩酸ジエタノールアミン ……152
塩酸シクロペントラート ……**554**
L-塩酸システイン ……152
塩酸ジフェニドール……152,**573**
塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン，薄層クロマトグラフィー用 ……152
塩酸ジフェンヒドラミン ……**574**
塩酸ジブカイン……153,**576**
塩酸シプロヘプタジン ……**577**
塩酸 *N*,*N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミン ……153
塩酸ジラゼプ ……**591**
塩酸ジルチアゼム……153,**591**
塩酸シンコカイン ……**576**
塩酸スペクチノマイシン ……**608**
塩酸スレオプロカテロール ……153
塩酸セトラキサート ……**627**
塩酸セフェピム ……**643**
塩酸セフォゾプラン ……**647**
塩酸セフォチアム ……**649**
塩酸セフォチアムヘキセチル ……**651**
塩酸セフカペン　ピボキシル ……**656**
塩酸セフカペン　ピボキシル細粒 ……**658**
塩酸セフカペン　ピボキシル錠 ……**658**
塩酸セフカペンピボキシル ……153
塩酸セフメノキシム ……**681**
塩酸セミカルバジド ……153
塩酸ダウノルビシン ……**700**
塩酸タムスロシン……153,**701**
塩酸タランピシリン ……**702**
塩酸チアミン ……**714**
塩酸チアミン散 ……**716**
塩酸チアミン注射液 ……**716**
塩酸チアラミド ……**717**
塩酸チアラミド，定量用 ……153
塩酸チアラミド錠 ……**718**
塩酸チオリダジン ……**722**
塩酸チクロピジン ……**723**
塩酸チザニジン ……**724**
塩酸ツロブテロール ……**732**
塩酸テトラカイン ……**753**
塩酸テトラサイクリン……153,**753**
塩酸デメチルクロルテトラサイクリン ……**757**
塩酸ドキサプラム ……**761**
塩酸ドキシサイクリン ……**761**
塩酸ドキソルビシン ……**765**
塩酸トドララジン ……**770**
塩酸ドパミン ……**771**
塩酸ドパミン，定量用 ……153
塩酸ドパミン注射液 ……**771**
塩酸ドブタミン ……**772**
塩酸トリヘキシフェニジル ……**788**
塩酸トリヘキシフェニジル錠 ……**788**
塩酸トリメタジジン ……**790**
塩酸トリメタジジン，定量用 ……153
塩酸トリメタジジン錠 ……**791**
塩酸トリメトキノール ……**792**
塩酸トルペリゾン ……**796**
塩酸トレトキノール ……**792**
塩酸ナファゾリン ……**802**
塩酸ナルコチン ……**830**
塩酸ナロキソン ……**805**
塩酸ニカルジピン ……**807**
塩酸ニカルジピン，定量用 ……153
塩酸ニカルジピン注射液 ……**807**
塩酸ノスカピン ……**830**
塩酸ノルアドレナリン注射液 ……**831**
塩酸ノルエピネフリン注射液 ……**831**
塩酸ノルトリプチリン ……**835**
塩酸バカンピシリン ……**836**
塩酸パパベリン……153,**845**
塩酸パパベリン，定量用 ……153
塩酸パパベリン注射液 ……**846**
塩酸パラアミノフェノール ……153
塩酸バンコマイシン ……**863**
L-塩酸ヒスチジン ……153
塩酸ヒドララジン……153,**872**
塩酸ヒドララジン，定量用 ……153
塩酸ヒドララジン散 ……**873**
塩酸ヒドララジン錠 ……**873**
塩酸ヒドロキシアンモニウム ……153
塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 ……153
塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液 ……153
塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 ……153
塩酸ヒドロキシアンモニウム試液，pH 3.1 ……154
塩酸ヒドロキシジン ……**874**
塩酸ヒドロキシルアミン ……154
塩酸ヒドロキシルアミン・塩化第二鉄試液 ……154
塩酸ヒドロキシルアミン試液 ……154
塩酸ヒドロキシルアミン試液，pH 3.1 ……154
塩酸ヒドロコタルニン ……**879**
塩酸ヒドロコタルニン，定量用 ……154
塩酸ピブメシリナム ……**886**
塩酸ピペリジン ……154
塩酸ビペリデン ……**893**
塩酸 1-(4-ピリジル)ピリジニウムクロリド ……154
塩酸ピリドキシン……154,**900**
塩酸ピリドキシン注射液 ……**900**
塩酸ピレンゼピン ……**902**
塩酸ピレンゼピン水和物 ……**902**
塩酸ピロカルピン ……**904**
塩酸 1,10-フェナントロリニウム一水和物 ……154
塩酸 *o*-フェナントロリン ……154
塩酸フェニルヒドラジニウム ……154
塩酸フェニルヒドラジニウム試液 ……154
塩酸フェニルヒドラジン ……154
塩酸フェニルヒドラジン試液 ……154
塩酸フェニルピペラジン ……154
塩酸フェニレフリン ……**919**
塩酸フェネチルアミン ……154
塩酸ブクモロール ……**926**
塩酸プソイドエフェドリン ……154
塩酸ブナゾシン ……**934**

塩酸ブフェトロール ……936
塩酸ブプラノロール ……937
塩酸フラボキサート ……945
塩酸フルスルチアミン ……954
塩酸フルラゼパム ……957
塩酸ブレオマイシン ……960
塩酸プロカイン……154,968
塩酸プロカイン，定量用 ……154
塩酸プロカイン注射液 ……968
塩酸プロカインアミド……154,969
塩酸プロカインアミド，定量用 ……154
塩酸プロカインアミド錠 ……969
塩酸プロカインアミド注射液 ……970
塩酸プロカテロール……154,970
塩酸プロカルバジン ……971
塩酸プロプラノロール ……983
塩酸プロプラノロール，定量用 ……154
塩酸プロプラノロール錠 ……984
塩酸ブロムヘキシン ……988
塩酸プロメタジン ……989
塩酸ペチジン ……1007
塩酸ペチジン，定量用 ……154
塩酸ペチジン注射液 ……1008
塩酸ベニジピン ……154,1008
塩酸ベニジピン，定量用 ……154
塩酸ベニジピン錠 ……1009
塩酸ベノキシネート ……414
塩酸ベラパミル ……1014
塩酸ベラパミル，定量用 ……154
塩酸ベラパミル錠 ……1014
塩酸ベンセラジド ……1026
塩酸ベンゾイルメサコニン，薄層クロマトグラフィー用 …154
塩酸ホモクロルシクリジン ……1041
塩酸マプロチリン ……1053
塩酸ミノサイクリン ……1061
塩酸メキシレチン ……1064
塩酸メクロフェノキサート ……1066
塩酸メタサイクリン ……155
塩酸メタンフェタミン ……1069
dl−塩酸メチルエフェドリン……155,1072
dl−塩酸メチルエフェドリン，定量用 ……155
dl−塩酸メチルエフェドリン散 10 % ……1073
dl−塩酸メチルエフェドリン散 ……1073
塩酸メトホルミン ……1090
塩酸メトホルミン，定量用 ……155
塩酸メトホルミン錠 ……1090
塩酸メピバカイン ……1095
塩酸メピバカイン，定量用 ……155
塩酸メピバカイン注射液 ……1095
塩酸メフロキン ……155,1098
塩酸モルヒネ ……155,1103
塩酸モルヒネ，定量用 ……155
塩酸モルヒネ錠 ……1104
塩酸モルヒネ注射液 ……1105
塩酸ラニチジン ……1124
塩酸リジン ……1131
塩酸 L−リジン……155,1131
塩酸リゾチーム ……1132
塩酸リドカイン注射液 ……1133
塩酸リトドリン ……155,1134
塩酸リトドリン錠 ……1135
塩酸リモナーデ ……402
塩酸リンコマイシン ……1148
塩酸レナンピシリン ……1156
塩酸ロキサチジンアセタート ……155,1162
塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル ……1163
炎色反応試験法 ……19
塩素 ……155
塩素酸カリウム ……155
塩素試液 ……155
遠藤培地 ……155
遠藤平板培地 ……155
エンドトキシン規格値の設定 ……1587
エンドトキシン試験法 ……70
エンドトキシン試験用水 ……155
エンドトキシン試験用トリス緩衝液 ……155
エンビオマイシン硫酸塩 ……402
エンフルラン……155,403

オ

オウギ ……1182
黄耆 ……1182
オウゴニン，薄層クロマトグラフィー用 ……155
オウゴン ……1183
黄芩 ……1183
オウゴン末 ……1183
黄芩末 ……1183
黄色ワセリン ……1169
王水 ……155
オウセイ ……1184
黄精 ……1184
オウバク ……1185
黄柏 ……1185
オウバク・タンナルビン・ビスマス散 ……1186
オウバク末 ……1185
黄柏末 ……1185
オウレン ……1187
黄連 ……1187
オウレン末 ……1188
黄連末 ……1188
黄蝋 ……1059
オキサゾラム ……404
オキサピウムヨウ化物 ……405
オキサプロジン ……406
p−オキシ安息香酸 ……155
p−オキシ安息香酸イソプロピル ……155
p−オキシ安息香酸ベンジル ……155
2−オキシ−1−(2′−オキシ−4′−スルホ−1′−ナフチルアゾ)−3−ナフトエ酸 ……155
8−オキシキノリン ……155
オキシコドン塩酸塩 ……406
オキシコドン塩酸塩水和物 ……406
オキシテトラサイクリン塩酸塩 ……409
オキシトシン……155,410
オキシトシン注射液 ……413

オキシドール ……***413***
オキシブプロカイン塩酸塩 ……***414***
オキシメトロン ……***414***
オキセサゼイン ……***415***
オキセタカイン ……***415***
オクスプレノロール塩酸塩 ……***416***
n–オクタデカン ……*155*
オクタデシルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……*246*
オクタデシルシリル化シリカゲル，
　薄層クロマトグラフィー用 ……*246*
オクタデシルシリル化シリカゲル，
　薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） ……*246*
オクタデシルシリル化シリカゲル，前処理用 ……*155*
オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……*246*
オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマー，
　液体クロマトグラフィー用 ……*246*
1–オクタノール ……*155*
n–オクタン ……*155*
オクタン，イソ ……*155*
1–オクタンスルホン酸ナトリウム ……*155*
オクチルアルコール ……*156*
オクチルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……*246*
n–オクチルベンゼン ……*156*
オストール，薄層クロマトグラフィー用 ……*156*
オスモル濃度測定法 ……*43*
オピアト注射液 ……***283***
オピアル ……***282***
オピアル注射液 ……***283***
オピスコ注射液 ……***285***
オフロキサシン ……***416***
オフロキサシン脱メチル体 ……*156*
オペリジン ……***1007***
オペリジン注射液 ……***1008***
オリブ油……*156*，***417***
オルシプレナリン硫酸塩 ……***418***
オルシン ……*156*
オルシン・塩化第二鉄試液 ……*156*
オルシン・塩化鉄（Ⅲ）試液 ……*156*
オルトキシレン ……*156*
オルトトルエンスルホンアミド ……*156*
オレンジ油 ……***418***
オンジ ……***1189***
遠志 ……***1189***
オンジ末 ……***1189***
遠志末 ……***1189***
温度計 ……*251*

カ

海砂 ……*156*
カイニン酸……*156*，***419***
カイニン酸，定量用 ……*156*
カイニン酸・サントニン散 ……***419***
カイニン酸水和物 ……***419***
海人草 ……***1273***
過塩素酸 ……*156*
0.1 mol/L 過塩素酸 ……*125*
0.05 mol/L 過塩素酸 ……*125*
0.02 mol/L 過塩素酸 ……*125*
過塩素酸・エタノール試液 ……*156*
0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 ……*125*
0.05 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 ……*125*
0.1 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液 ……*125*
0.004 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 ……*125*
0.05 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液 ……*125*
0.004 mol/L 過塩素酸・1,4–ジオキサン液 ……*125*
過塩素酸・無水エタノール試液 ……*156*
過塩素酸カリウム ……*156*
過塩素酸第二鉄 ……*156*
過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 ……*156*
過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 ……*156*
過塩素酸鉄（Ⅲ）六水和物 ……*156*
過塩素酸ナトリウム ……*156*
過塩素酸バリウム ……*156*
0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 ……*125*
過塩素酸ヒドロキシルアミン ……*156*
過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 ……*156*
過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 ……*156*
過塩素酸ヒドロキシルアミン試液 ……*156*
カオリン ……***420***
カカオ脂 ……***420***
化学用体積計 ……*249*
過ギ酸 ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定法 ……*35*
核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸 ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水 ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸 ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化
　ジメチルスルホキシド ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化溶媒 ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシラン ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用トリフルオロ酢酸 ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用 3–トリメチルシリル
　プロパンスルホン酸ナトリウム ……*156*
核磁気共鳴スペクトル測定用 3–トリメチルシリル
　プロピオン酸ナトリウム–d_4……*156*
加香ヒマシ油 ……***895***
加工ブシ ……***1260***
加工ブシ末 ……***1261***
カゴソウ ……***1189***
夏枯草 ……***1189***
かさ密度 ……*61*
かさ密度及びタップ密度測定法 ……*61*
過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 ……*157*
過酸化水素（30） ……*156*
過酸化水素試液 ……*156*
過酸化水素試液，希 ……*156*
過酸化水素水，強 ……*157*
過酸化ナトリウム ……*157*
過酸化ベンゾイル，25 % 含水 ……*157*

カシアフラスコ ……249
カシュウ ……1190
何首烏 ……1190
ガジュツ ……1190
莪蒁 ……1190
加水ラノリン ……1125
ガスえそウマ抗毒素 ……421
ガスえそ抗毒素 ……421
ガスクロマトグラフィー ……33
ガスクロマトグラフィー用アセトアルデヒド ……157
ガスクロマトグラフィー用アルキレングリコール
　フタル酸エステル ……157
ガスクロマトグラフィー用エタノール ……157
ガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボン ……246
ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土 ……246
ガスクロマトグラフィー用コハク酸
　ジエチレングリコールポリエステル ……157
ガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピル–
　6 % フェニル–メチルシリコーンポリマー ……157
ガスクロマトグラフィー用 7 % シアノプロピル–
　7 % フェニル–メチルシリコーンポリマー ……157
ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコール
　アジピン酸エステル ……157
ガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコール
　コハク酸エステル ……157
ガスクロマトグラフィー用 5 % ジフェニル・
　95 % ジメチルポリシロキサン ……157
ガスクロマトグラフィー用シリカゲル ……246
ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸 ……157
ガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）……246
ガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチル
　テトラコサン類分枝炭化水素混合物（L）……157
ガスクロマトグラフィー用 D–ソルビトール ……157
ガスクロマトグラフィー用多孔性アクリロニトリル–
　ジビニルベンゼン共重合体
　（孔径 0.06 ～ 0.08 μm，100 ～ 200 m^2/g）……246
ガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン–
　ジビニルベンゼン共重合体
　（平均孔径 0.0075 μm，500 ～ 600 m^2/g）……246
ガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン–
　ジビニルベンゼン共重合体
　（平均孔径 0.0085 μm，300 ～ 400 m^2/g）……246
ガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズ ……246
ガスクロマトグラフィー用
　テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン ……157
ガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン ……157
ガスクロマトグラフィー用テフロン ……246
ガスクロマトグラフィー用テレフタル酸 ……157
ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ
　（エチレンオキシ）エタノール ……157
ガスクロマトグラフィー用パルミチン酸 ……157
ガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル–
　25 % シアノプロピル–メチルシリコーンポリマー……157
ガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル–
　メチルシリコーンポリマー ……157
ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル–
　メチルシリコーンポリマー ……157
ガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル–
　メチルシリコーンポリマー ……157
ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル–
　50 % メチルポリシロキサン ……157
ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール ……157
ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコール
　モノエーテル ……157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　エステル化物 ……157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 400 …157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600 …157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 1500　157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000　157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　15000–ジエポキシド ……157
ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール
　20 M ……157
ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸 ……157
ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマー ……157
ガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマー ……246
カゼイン（乳製） ……158
カゼイン，乳製 ……157
カゼイン製ペプトン ……158
カチリ ……923
カッコン ……1190
葛根 ……1190
葛根湯エキス ……1191
活性アルミナ ……158
活性炭 ……158
活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液 ……158
活性部分トロンボプラスチン時間測定用試薬 ……158
過テクネチウム酸ナトリウム（^{99m}Tc）注射液 ……421
カテコール ……158
果糖 ……158，421
果糖注射液 ……422
カドミウム・ニンヒドリン試液 ……158
カドミウム地金 ……158
カドミウム標準原液 ……133
カドミウム標準液 ……133
カナマイシン一硫酸塩 ……422
カナマイシン硫酸塩 ……423
カノコソウ ……1193
カノコソウ末 ……1193
カフェイン ……158，425
カフェイン，無水 ……158
カフェイン水和物 ……425
カプサイシン，成分含量測定用 ……158
カプサイシン，薄層クロマトグラフィー用 ……158
カプセル ……425
カプセル剤 ……10
カプトプリル ……426
カプリル酸 ……158
n–カプリル酸エチル ……158
ガベキサートメシル酸塩 ……426
火麻仁 ……1273
過マンガン酸カリウム ……158，427
0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 ……125
0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 ……126

過マンガン酸カリウム試液 ……158
過マンガン酸カリウム試液，酸性 ……158
加味逍遙散エキス ……1193
カモスタットメシル酸塩 ……428
過ヨウ素酸カリウム ……158
過ヨウ素酸カリウム試液 ……158
過ヨウ素酸ナトリウム ……158
過ヨウ素酸ナトリウム試液 ……158
β-ガラクトシダーゼ（アスペルギルス） ……429
β-ガラクトシダーゼ（ペニシリウム） ……429
ガラクトース ……159
D-ガラクトース ……159
ガラスウール ……248
ガラス繊維 ……248
ガラスろ過器 ……248
カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 ……247
カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム ……247
カラムクロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル
セルロース ……247
カラムクロマトグラフィー用中性アルミナ ……247
カラムクロマトグラフィー用ポリアミド ……247
カリウム標準原液 ……133
カリジノゲナーゼ ……430
カリジノゲナーゼ測定用基質試液（1） ……159
カリジノゲナーゼ測定用基質試液（2） ……159
カリジノゲナーゼ測定用基質試液（3） ……159
カリジノゲナーゼ測定用基質試液（4） ……159
カリ石ケン ……433
顆粒剤 ……10
過硫酸アンモニウム ……159
過硫酸カリウム ……159
カルシウム標準液 ……133
カルシウム標準液，原子吸光光度用 ……133
カルシフェロール ……394
カルテオロール塩酸塩 ……433
カルナウバロウ ……433
カルバゾクロム ……159
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム ……434
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム，成分含量測定用 …159
カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物 ……434
カルバマゼピン ……435
カルバミン酸エチル ……159
カルバミン酸クロルフェネシン ……498
カルビドパ ……435
カルビドパ水和物 ……435
カールフィッシャー法 ……44
カルボキシメチルセルロース ……437
カルボキシメチルセルロースカルシウム ……438
カルボキシメチルセルロースナトリウム ……438
L-カルボシステイン ……436
カルメロース ……437
カルメロースカルシウム ……438
カルメロースナトリウム ……438
カルモナムナトリウム ……439
カルモフール ……441
カロコン ……1196
栝楼根 ……1196
カンキョウ ……1196
乾姜 ……1196
還元鉄 ……159
丸剤 ……10
緩衝液，セルモロイキン用 ……159
緩衝液用 1 mol/L クエン酸試液 ……159
緩衝液用 0.2 mol/L フタル酸水素カリウム試液 ……159
緩衝液用 0.2 mol/L ホウ酸・
0.2 mol/L 塩化カリウム試液 ……159
緩衝液用 1 mol/L リン酸一水素カリウム試液 ……159
緩衝液用 1 mol/L リン酸水素二カリウム試液 ……159
緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 ……159
乾生姜 ……1226
乾生姜末 ……1227
25 % 含水過酸化ベンゾイル ……159
4 % 含水中性アルミナ……159
カンゾウ ……1197
甘草 ……1197
乾燥亜硫酸ナトリウム ……303
カンゾウエキス ……1198
甘草エキス ……1198
乾燥減量試験法 ……41
乾燥甲状腺 ……513
乾燥酵母 ……514
乾燥細胞培養痘そうワクチン ……759
乾燥ジフテリアウマ抗毒素 ……576
乾燥ジフテリア抗毒素 ……576
乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン ……416
乾燥弱毒生風しんワクチン ……916
乾燥弱毒生麻しんワクチン ……1053
乾燥水酸化アルミニウムゲル ……597
乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒 ……597
カンゾウ粗エキス ……1199
乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン ……453
乾燥炭酸ナトリウム……159, 705
乾燥痘苗 ……759
乾燥痘そうワクチン ……759
乾燥日本脳炎ワクチン ……822
乾燥破傷風ウマ抗毒素 ……841
乾燥破傷風抗毒素 ……841
乾燥はぶウマ抗毒素 ……846
乾燥はぶ抗毒素 ……846
乾燥 BCG ワクチン ……869
乾燥ボツリヌスウマ抗毒素 ……1038
乾燥ボツリヌス抗毒素 ……1038
カンゾウ末 ……1198
甘草末 ……1198
乾燥まむしウマ抗毒素 ……1054
乾燥まむし抗毒素 ……1054
甘草羔 ……1199
乾燥用塩化カルシウム ……159
乾燥用合成ゼオライト ……159
乾燥硫酸アルミニウムカリウム ……1144
カンテン ……159, 1199
寒天 ……1199
カンテン斜面培地 ……159
カンテン培地，普通 ……159
カンテン末 ……1200
寒天末 ……1200

含糖ペプシン……159, 441
眼軟膏剤 ……10
眼軟膏剤の金属性異物試験法 ……97
ガンビール ……1173
ガンビール末 ……1173
d-カンファスルホン酸……159
カンフル ……159
d-カンフル……442
dl-カンフル ……443
肝油 ……443
カンレノ酸カリウム ……444

キ

希エタノール ……159
希塩化第二鉄試液 ……159
希塩化鉄（Ⅲ）試液 ……159
希塩酸……159, 401
希過酸化水素試液 ……159
希ギムザ試液 ……159
キキョウ ……1200
桔梗根 ……1200
桔梗根末 ……1200
キキョウ末 ……1200
キキョウ流エキス ……1201
キクカ ……1201
菊花 ……1201
希五酸化バナジウム試液 ……159
希酢酸 ……159
キササゲ ……1201
ギ酸 ……159
ギ酸アンモニウム ……159
ギ酸アンモニウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.0 ……159
希酸化バナジウム（V）試液 ……159
キサンテン ……159
キサンテン-9-カルボン酸 ……160
キサントヒドロール ……160
キサントン ……160
ギ酸 n-ブチル ……160
希次酢酸鉛試液 ……160
希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液，噴霧用 ……160
キジツ ……1202
枳実 ……1202
基質緩衝液，セルモロイキン用 ……160
基質試液，塩化リゾチーム用 ……160
基質試液（1），カリジノゲナーゼ測定用 ……160
基質試液（2），カリジノゲナーゼ測定用 ……160
基質試液（3），カリジノゲナーゼ測定用 ……160
基質試液（4），カリジノゲナーゼ測定用 ……160
希 2,6-ジブロモ-N-クロロ-1,4-ベンゾキノン
　モノイミン試液 ……160
希 p-ジメチルアミノベンズアルデヒド・
　塩化第二鉄試液 ……160
希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・
　塩化鉄（Ⅲ）試液 ……160
希硝酸 ……160
キシリット ……444
キシリット注射液 ……445
キシリトール……160, 444
キシリトール注射液 ……445
キシレノールオレンジ ……160
キシレノールオレンジ試液 ……160
キシレン ……160
o-キシレン ……160
キシレンシアノール FF ……160
キシロース ……160
D-キシロース ……160
希水酸化カリウム・エタノール試液 ……160
希水酸化ナトリウム試液 ……160
キタサマイシン ……446
キタサマイシン酢酸エステル ……447
キタサマイシン酒石酸塩 ……448
希チモールブルー試液 ……160
キッカ ……1201
吉草根 ……1193
吉草根末 ……1193
n-吉草酸……160
吉草酸ベタメタゾン ……1002
吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシンクリーム ……1002
吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏 ……1004
希鉄・フェノール試液 ……160
キニジン硫酸塩 ……449
キニジン硫酸塩水和物 ……449
キニーネエチル炭酸エステル ……450
キニーネ塩酸塩 ……451
キニーネ塩酸塩水和物 ……451
キニーネ硫酸塩 ……452
キニーネ硫酸塩水和物 ……452
キニノーゲン ……160
キニノーゲン試液 ……161
8-キノリノール ……161
キノリン ……161
キノリン試液 ……161
希フェノールレッド試液 ……161
希フォリン試液 ……161
希ブロモフェノールブルー試液 ……161
希ホルムアルデヒド試液 ……161
ギムザ試液 ……161
希メチルレッド試液 ……161
キャピラリー電気泳動法 ……1587
牛脂 ……452
吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド ……161
吸収スペクトル用ヘキサン ……161
吸収スペクトル用 n-ヘキサン ……161
吸水軟膏 ……806
強アンモニア水 ……161
強塩基性イオン交換樹脂 ……161
強過酸化水素水 ……161
キョウカツ ……1202
羌活 ……1202
凝固点測定法 ……41
強酢酸第二銅試液 ……161
強酢酸銅（Ⅱ）試液 ……161
強酸性イオン交換樹脂 ……161
強酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 ……247
強酸性イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフィー用 ……247

強酸性イオン交換シリカゲル，
液体クロマトグラフィー用 ……*247*
希ヨウ素試液 ……*161*
キョウニン ……***1202***
杏仁 ……***1202***
キョウニン水 ……***1203***
杏仁水 ……***1203***
強熱減量試験法 ……*42*
強熱残分試験法 ……*42*
希ヨードチンキ ……***1115***
希硫酸 ……*161*
希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 ……*161*
希硫酸第二鉄アンモニウム試液 ……*161*
金標準原液 ……*133*
金標準液，原子吸光光度用 ……*133*
銀標準原液 ……*133*
銀標準液，原子吸光光度用 ……*133*
[6]-ギンゲロール，薄層クロマトグラフィー用 ……*161*
ギンセノシド Rc ……*161*
ギンセノシド Re ……*161*
ギンセノシド Rg_1，薄層クロマトグラフィー用 ……*161*
金属ナトリウム ……*161*
金チオリンゴ酸ナトリウム ……***453***
キンヒドロン ……*161*

ク

グアイフェネシン……*161*，***454***
グアナベンズ酢酸塩 ……***455***
グアネチジン硫酸塩 ……***455***
グアヤコール ……*161*
グアヤコールグリセリンエーテル ……***454***
グアヤコールスルホン酸カリウム……*162*，***456***
クエン酸……*162*，***457***
クエン酸・酢酸試液 ……*162*
クエン酸・無水酢酸試液 ……*162*
クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液 ……*162*
クエン酸アンモニウム ……*162*
クエン酸アンモニウム鉄（Ⅲ） ……*162*
クエン酸一水和物 ……*162*
クエン酸ガリウム（^{67}Ga）注射液 ……***458***
クエン酸カルベタペンタン ……***1027***
クエン酸カルベタペンテン ……***1027***
クエン酸クロミフェン ……***486***
クエン酸クロミフェン錠 ……***486***
クエン酸三カリウム一水和物 ……*162*
クエン酸三ナトリウム二水和物 ……*162*
クエン酸試液，0.01 mol/L ……*162*
クエン酸試液，1 mol/L，緩衝液用 ……*162*
クエン酸ジエチルカルバマジン ……***546***
クエン酸ジエチルカルバマジン錠 ……***546***
クエン酸水素二アンモニウム ……*162*
クエン酸水和物 ……***457***
クエン酸第二鉄アンモニウム ……*162*
クエン酸ナトリウム……*162*，***458***
クエン酸ナトリウム水和物 ……***458***
クエン酸フェンタニール ……***925***
クエン酸フェンタニル ……***925***
クエン酸ペントキシベリン ……***1027***
クコシ ……***1203***
枸杞子 ……***1203***
クジン ……***1203***
苦参 ……***1203***
クジン末 ……***1204***
苦参末 ……***1204***
屈折率測定法 ……*42*
クペロン ……*162*
クペロン試液 ……*162*
クーマシー染色試液 ……*162*
クーマシーブリリアントブルー G-250……*162*
クーマシーブリリアントブルー R-250……*162*
苦味重曹水 ……***1225***
苦味チンキ ……***1204***
グラファイトカーボン，ガスクロマトグラフィー用 ……*247*
クラブラン酸カリウム ……***459***
グラミシジン ……***460***
クラリスロマイシン ……***461***
クラリスロマイシン錠 ……***462***
グリコールエーテル化シリカゲル，
液体クロマトグラフィー用 ……*247*
グリコール酸 ……*162*
グリシン……*162*，***464***
グリース・ロメン亜硝酸試薬 ……*162*
グリース・ロメン硝酸試薬 ……*162*
クリスタルバイオレット ……*162*，***1083***
クリスタルバイオレット試液 ……*162*
グリセオフルビン ……***464***
グリセリン……*162*，***465***
85 % グリセリン ……*162*
グリセリン塩基性試液 ……*162*
グリセリンカリ液 ……***467***
グリセリンモノステアリン酸エステル ……***1103***
グリセロール ……***465***
グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 ……*162*
クリノフィブラート ……***467***
グリベンクラミド ……***468***
クリンダマイシン塩酸塩 ……***469***
クリンダマイシン塩酸塩カプセル ……***469***
クリンダマイシンリン酸エステル ……***470***
クルクマ紙 ……*248*
クルクミン ……*162*
クルクミン試液 ……*162*
グルコースオキシダーゼ ……*162*
グルコース検出用試液 ……*162*
グルコース検出用試液，ペニシリウム由来
β-ガラクトシダーゼ用……*162*
グルコン酸カルシウム ……***471***
グルコン酸カルシウム，薄層クロマトグラフィー用 ……*163*
グルコン酸カルシウム水和物 ……***471***
グルコン酸クロルヘキシジン液 ……***503***
グルタチオン ……***472***
グルタチオン（還元型） ……***472***
L-グルタミン ……*163*
L-グルタミン酸 ……*163*
グルタミン試液 ……*163*

7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン ……163
7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン試液 ……163
クレオソート ……**473**
クレゾール ……163, **473**
m-クレゾール ……163
クレゾール水 ……**473**
クレゾール石ケン液 ……**474**
クレゾールレッド ……163
クレゾールレッド試液 ……163
クレマスチンフマル酸塩 ……**474**
クロカプラミン塩酸塩 ……**475**
クロカプラミン塩酸塩水和物 ……**475**
クロキサシリンナトリウム ……**476**
クロキサシリンナトリウム水和物 ……**476**
クロキサゾラム ……163, **477**
クロコナゾール塩酸塩 ……**478**
クロスカルメロースナトリウム ……**478**
クロチアゼパム ……**480**
クロトリマゾール ……163, **480**
クロナゼパム ……**481**
クロニジン塩酸塩 ……**482**
クロフィブラート ……**483**
クロフィブラートカプセル ……**483**
クロフェダノール塩酸塩 ……**484**
γ-グロブリン ……163
クロペラスチン塩酸塩 ……**485**
クロマトグラフィー用ケイソウ土 ……247
クロマトグラフィー用担体/充てん剤 ……245
クロマトグラフィー用中性アルミナ ……247
クロミフェンクエン酸塩 ……**486**
クロミフェンクエン酸塩錠 ……**486**
クロミプラミン塩酸塩 ……**487**
クロム酸・硫酸試液 ……163
クロム酸カリウム ……163
クロム酸カリウム試液 ……163
クロム酸銀飽和クロム酸カリウム試液 ……163
クロム酸ナトリウム（^{51}Cr）注射液 ……**488**
クロモグリク酸ナトリウム ……**488**
クロモトロープ酸試液 ……163
クロモトロープ酸試液，濃 ……163
クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 ……163
クロモトロプ酸 ……163
クロモトロプ酸試液 ……163
クロモトロプ酸試液，濃 ……163
クロラミン ……163
クロラミン試液 ……163
クロラムフェニコール ……163, **488**
クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム ……**489**
クロラムフェニコールパルミチン酸エステル ……**490**
p-クロルアニリン ……163
p-クロル安息香酸 ……163
クロルジアゼポキシド ……163, **491**
クロルジアゼポキシド，定量用 ……163
クロルジアゼポキシド散 ……**492**
クロルジアゼポキシド錠 ……**492**
クロルフェニラミン・カルシウム散 ……**496**
クロルフェニラミンマレイン酸塩 ……**493**
d-クロルフェニラミンマレイン酸塩 ……**497**
クロルフェニラミンマレイン酸塩散 ……**494**
クロルフェニラミンマレイン酸塩錠 ……**495**
クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液 ……**496**
クロルフェネシンカルバミン酸エステル ……**498**
p-クロルフェノール ……163
クロルプロパミド ……**499**
クロルプロパミド，定量用 ……163
クロルプロパミド錠 ……**500**
クロルプロマジン塩酸塩 ……**501**
クロルプロマジン塩酸塩錠 ……**501**
クロルプロマジン塩酸塩注射液 ……**502**
クロルヘキシジン塩酸塩 ……**503**
クロルヘキシジングルコン酸塩液 ……**503**
p-クロルベンゼンスルホンアミド ……163
クロルマジノン酢酸エステル ……**504**
4-クロロアニリン ……163
4-クロロ安息香酸 ……163
クロロゲン酸，薄層クロマトグラフィー用 ……163
クロロ酢酸 ……164
1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン ……164
(2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール，薄層クロマトグラフィー用 ……164
4-クロロフェノール ……164
クロロブタノール ……164, **505**
4-クロロベンゼンジアゾニウム塩試液 ……164
4-クロロベンゼンスルホンアミド ……164
クロロホルム ……164
クロロホルム，エタノール不含 ……164

ケ

ケイガイ ……**1204**
荊芥穂 ……**1204**
蛍光光度法 ……37
経口生ポリオワクチン ……**1042**
ケイ酸マグネシウム ……**508**
軽質無水ケイ酸 ……**505**
軽質流動パラフィン ……**852**
ケイソウ土 ……164
ケイソウ土，ガスクロマトグラフィー用 ……247
ケイソウ土，クロマトグラフィー用 ……247
ケイタングステン酸二十六水和物 ……164
ケイヒ ……**1204**
桂皮 ……**1204**
経皮吸収型製剤 ……11
ケイ皮酸 ……164
(*E*)-ケイ皮酸，成分含量測定用 ……164
(*E*)-ケイ皮酸，薄層クロマトグラフィー用 ……164
ケイヒ末 ……**1205**
桂皮末 ……**1205**
ケイヒ油 ……**1205**
桂皮油 ……**1205**
計量器・用器 ……249
計量器 ……249
ケタミン塩酸塩 ……**509**
結晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液 ……**350**

結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液 ……**350**
結晶セルロース ……**694**
結晶トリプシン ……165
結晶トリプシン，ウリナスタチン定量用 ……165
結晶ペニシリン G カリウム……**1022**
血清性性腺刺激ホルモン ……**621**
ケツメイシ ……**1205**
決明子 ……**1205**
ケトチフェンフマル酸塩 ……**509**
ケトプロフェン ……**510**
ゲニポシド，成分含量測定用 ……166
ゲニポシド，薄層クロマトグラフィー用 ……166
ケノデオキシコール酸 ……**511**
ケノデオキシコール酸，薄層クロマトグラフィー用 ……166
ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %），
液体クロマトグラフィー用 ……247
ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %），
液体クロマトグラフィー用 ……247
ケロシン ……166
ケンゴシ ……**1206**
牽牛子 ……**1206**
原子吸光光度法 ……37
原子吸光光度用亜鉛標準液 ……133
原子吸光光度用カルシウム標準液 ……133
原子吸光光度用金標準液 ……133
原子吸光光度用銀標準液 ……133
懸濁剤・乳剤 ……11
ゲンタマイシン B……166
ゲンタマイシン硫酸塩 ……**512**
ゲンチアナ ……**1206**
ゲンチアナ・重曹散 ……**1207**
ゲンチアナ末 ……**1206**
ゲンチオピクロシド，薄層クロマトグラフィー用 ……166
ゲンノショウコ ……**1207**
ゲンノショウコ末 ……**1207**

コ

抗ウサギ抗体結合ウェル ……166
抗ウリナスタチンウサギ血清 ……166
抗ウロキナーゼ血清 ……166
抗 A 血液型判定用抗体 ……167
コウカ ……**1207**
紅花 ……**1207**
硬化油 ……**513**
コウジン ……**1208**
紅参 ……**1208**
校正球，粒子密度測定用 ……249
合成ケイ酸アルミニウム ……**506**
合成ケイ酸マグネシウム，カラムクロマトグラフィー用 …247
合成樟脳 ……**443**
合成ゼオライト，乾燥用 ……167
抗生物質の微生物学的力価試験法 ……73
抗生物質用リン酸塩緩衝液，pH 6.5 ……167
抗生物質用リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0 ……167
酵素試液 ……167
抗大腸菌由来たん白質抗体原液 ……167
抗体フラグメント（Fab′） ……167
抗 B 血液型判定用抗体 ……167
コウブシ ……**1209**
香附子 ……**1209**
コウブシ末 ……**1209**
香附子末 ……**1209**
抗ブラジキニン抗体 ……167
抗ブラジキニン抗体試液 ……167
酵母エキス ……167
コウボク ……**1209**
厚朴 ……**1209**
コウボク末 ……**1210**
厚朴末 ……**1210**
鉱油試験法 ……20
ゴオウ ……**1210**
牛黄 ……**1210**
コカイン塩酸塩 ……**515**
五酸化バナジウム ……167
五酸化バナジウム試液 ……167
五酸化バナジウム試液，希 ……167
五酸化リン ……167
ゴシツ ……**1211**
牛膝 ……**1211**
ゴシュユ ……**1211**
呉茱萸 ……**1211**
固相化プレート ……167
固体又は粉体の密度 ……1592
コデインリン酸塩 ……**515**
コデインリン酸塩散 1 % ……**516**
コデインリン酸塩散 10 % ……**517**
コデインリン酸塩錠 ……**517**
コデインリン酸塩水和物 ……**515**
ゴナドレリン酢酸塩 ……**518**
コハク酸エリスロマイシンエチル ……**389**
コハク酸クロラムフェニコールナトリウム ……**489**
コハク酸ジエチレングリコールポリエステル，
ガスクロマトグラフィー用 ……167
コハク酸トコフェロール ……168
コハク酸トコフェロールカルシウム……168，**766**
コハク酸ヒドロコルチゾン ……**880**
コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム ……**881**
コハク酸プレドニゾロン ……**965**
コハク酸メチルプレドニゾロン ……**1081**
コバルチ亜硝酸ナトリウム ……168
コバルチ亜硝酸ナトリウム試液 ……168
ゴボウシ ……**1212**
牛蒡子 ……**1212**
ゴマ油……168，**519**
ゴミシ ……**1212**
五味子 ……**1212**
コムギデンプン ……**520**
小麦澱粉 ……**520**
コメデンプン ……**1212**
米澱粉 ……**1212**
コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム ……**522**
コリスチン硫酸塩 ……**521**
コール酸，薄層クロマトグラフィー用 ……168
コルチゾン酢酸エステル ……**522**
コルヒチン ……**524**

コレカルシフェロール ……***525***
コレステロール……*168*,***526***
コレラワクチン ……***526***
コロジオン ……*168*
コロホニウム ……***1278***
コロンボ ……***1212***
コロンボ末 ……***1213***
混合ガス調製器 ……*249*
コンゴーレッド ……*168*
コンゴーレッド紙 ……*248*
コンゴーレッド試液 ……*168*
コンズランゴ ……***1213***
コンズランゴ流エキス ……***1213***

サ

サイクロスポリン A ……***550***
サイクロセリン ……***526***
サイコ ……***1213***
柴胡 ……***1213***
サイコサポニン a，成分含量測定用 ……*168*
サイコサポニン a，薄層クロマトグラフィー用 ……*168*
サイコサポニン b_2，成分含量測定用……*168*
サイコサポニン b_2，薄層クロマトグラフィー用……*169*
サイコサポニン d，成分含量測定用 ……*169*
サイコ成分含量測定用リン酸塩緩衝液 ……*169*
最終滅菌医薬品の無菌性保証 ……*1593*
最終滅菌法及び滅菌指標体 ……*1596*
サイシン ……***1214***
細辛 ……***1214***
細胞懸濁液，テセロイキン用 ……*169*
柴苓湯エキス ……***1215***
酢酸……*169*,***527***
酢酸（31） ……*169*
酢酸（100）……*169*
酢酸，希 ……*169*
酢酸，非水滴定用 ……*169*
酢酸，氷 ……*169*
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 3.0 ……*170*
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 4.5 ……*170*
酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液，pH 4.8 ……*170*
酢酸・酢酸カリウム緩衝液，pH 4.3 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.0 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05 mol/L，pH 4.6 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.1 mol/L，pH 4.0 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，1 mol/L，pH 5.0 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.0 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5，鉄試験用 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.7 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 5.0 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 5.5 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 5.6 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム試液 ……*170*
酢酸・酢酸ナトリウム試液，0.02 mol/L ……*170*
酢酸・硫酸試液 ……*171*
酢酸亜鉛 ……*169*
0.05 mol/L 酢酸亜鉛液 ……*126*
0.02 mol/L 酢酸亜鉛液 ……*126*
酢酸亜鉛緩衝液，0.25 mol/L，pH 6.4 ……*169*
酢酸亜鉛二水和物 ……*170*
酢酸アンモニウム ……*170*
酢酸アンモニウム試液 ……*170*
酢酸アンモニウム試液，0.5 mol/L ……*170*
酢酸イソアミル ……*170*
酢酸ウラニル ……*170*
酢酸ウラニル・亜鉛試液 ……*170*
酢酸ウラニル試液 ……*170*
酢酸ウラニル二水和物 ……*170*
酢酸エチル ……*170*
酢酸塩緩衝液，0.01 mol/L，pH 5.0 ……*170*
酢酸塩緩衝液，pH 3.5 ……*170*
酢酸塩緩衝液，pH 4.5 ……*170*
酢酸塩緩衝液，pH 5.4 ……*170*
酢酸塩緩衝液，pH 5.5 ……*170*
酢酸カドミウム ……*170*
酢酸カドミウム二水和物 ……*170*
酢酸カリウム ……*170*
酢酸カリウム試液 ……*170*
酢酸グアナベンズ ……***455***
酢酸クロルマジノン ……***504***
酢酸ゴナドレリン ……***518***
酢酸コルチゾン……*170*,***522***
酢酸試液，0.25 mol/L ……*170*
酢酸試液，6 mol/L ……*170*
酢酸水銀（Ⅱ） ……*170*
酢酸水銀（Ⅱ）試液，非水滴定用 ……*170*
酢酸セミカルバジド試液 ……*170*
酢酸第二水銀 ……*170*
酢酸第二水銀試液，非水滴定用 ……*170*
酢酸第二銅 ……*170*
酢酸第二銅試液，強 ……*170*
酢酸銅（Ⅱ）一水和物 ……*171*
酢酸銅（Ⅱ）試液，強 ……*171*
酢酸トコフェロール……*171*,***768***
酢酸 *dl*-α-トコフェロール ……***768***
酢酸ナトリウム……*171*,***528***
酢酸ナトリウム，無水 ……*171*
酢酸ナトリウム・アセトン試液 ……*171*
0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液 ……*126*
酢酸ナトリウム三水和物 ……*171*
酢酸ナトリウム試液 ……*171*
酢酸ナトリウム水和物 ……***528***
酢酸鉛 ……*171*
酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 ……*171*
酢酸鉛紙 ……*248*
酢酸鉛（Ⅱ）紙 ……*248*
酢酸鉛試液 ……*171*
酢酸鉛（Ⅱ）試液 ……*171*
酢酸ヒドロキソコバラミン……*171*,***877***
酢酸ヒドロコルチゾン……*171*,***882***
酢酸ビニル ……*171*
酢酸フタル酸セルロース ……***687***
酢酸 *n*-ブチル ……*171*
酢酸プレドニゾロン……*171*,***967***
酢酸ミデカマイシン ……***1060***

酢酸 3-メチルブチル ……171
酢酸メテノロン ……1085
酢酸リチウム二水和物 ……171
酢酸レチノール ……1154
坐剤 ……11
サッカリン ……528
サッカリンナトリウム ……529
サッカリンナトリウム水和物 ……529
サフラン ……1217
サラシ粉 ……171,530
サラシ粉試液 ……171
サラシミツロウ ……1059
サラゾスルファピリジン ……530
サリチル・ミョウバン散 ……533
サリチルアミド ……171
サリチルアルダジン ……171
サリチルアルデヒド ……171
サリチル酸 ……171,531
サリチル酸，定量用 ……171
サリチル酸イソブチル ……171
サリチル酸試液 ……172
サリチル酸精 ……532
サリチル酸鉄試液 ……172
サリチル酸ナトリウム ……172,534
サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 ……172
サリチル酸絆創膏 ……533
サリチル酸メチル ……172,534
ザルトプロフェン ……172,535
ザルトプロフェン，定量用 ……172
ザルトプロフェン錠 ……536
サルブタモール硫酸塩 ……537
三塩化アンチモン ……172
三塩化アンチモン試液 ……172
三塩化チタン ……172
三塩化チタン・硫酸試液 ……172
0.1 mol/L 三塩化チタン液 ……126
三塩化チタン試液 ……172
三塩化ヨウ素 ……172
酸化亜鉛 ……538
酸化亜鉛デンプン ……253
酸化亜鉛軟膏 ……253
酸化アルミニウム ……172
酸化カルシウム ……172,538
酸化クロム（Ⅵ） ……172
酸化クロム（Ⅵ）試液 ……172
酸化チタン ……539
酸化チタン（Ⅳ） ……172
酸化チタン（Ⅳ）試液 ……172
酸化鉛（Ⅱ） ……172
酸化鉛（Ⅳ） ……172
酸化バナジウム（Ⅴ） ……172
酸化バナジウム（Ⅴ）試液 ……172
酸化バナジウム（Ⅴ）試液，希 ……172
酸化バリウム ……172
酸化マグネシウム ……172,539
酸化メシチル ……172
酸化モリブデン（Ⅲ） ……172
酸化モリブデン（Ⅲ）・クエン酸試液 ……172
酸化ランタン（Ⅲ） ……172
酸化リン（Ⅴ） ……172
サンキライ ……1218
山帰来 ……1218
サンキライ末 ……1218
山帰来末 ……1218
散剤 ……11
三酸化クロム ……172
三酸化クロム試液 ……172
三酸化ナトリウムビスマス ……172
三酸化二ヒ素 ……172,541
三酸化二ヒ素試液 ……173
三酸化ヒ素 ……173,541
三酸化ヒ素試液 ……173
三酸化モリブデン ……173
三酸化モリブデン・クエン酸試液 ……173
サンシシ ……1218
山梔子 ……1218
サンシシ末 ……1219
山梔子末 ……1219
サンシュユ ……1219
山茱萸 ……1219
サンショウ ……1220
山椒 ……1220
参照抗インターロイキン-2 抗血清試液 ……173
参照抗インターロイキン-2 抗体，テセロイキン用 ……173
サンショウ末 ……1220
山椒末 ……1220
酸処理ゼラチン ……173
酸性塩化カリウム試液 ……173
酸性塩化スズ（Ⅱ）試液 ……173
酸性塩化第一スズ試液 ……173
酸性塩化第二鉄試液 ……173
酸性塩化鉄（Ⅲ）試液 ……173
酸性過マンガン酸カリウム試液 ……173
酸性白土 ……173
酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 ……173
酸素 ……173,541
サンソウニン ……1220
酸棗仁 ……1220
酸素フラスコ燃焼法 ……20
サントニン ……173,542
サントニン，定量用 ……173
三ナトリウム五シアノアミン第一鉄試液 ……173
三ナトリウム五シアノアミン鉄（Ⅱ）試液 ……173
3 倍濃厚乳糖ブイヨン ……173
三フッ化ホウ素 ……173
三フッ化ホウ素・メタノール試液 ……173
酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 ……173
サンヤク ……1221
山薬 ……1221
サンヤク末 ……1221
山薬末 ……1221
残留溶媒試験法 ……42

シ

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 ……173

次亜塩素酸ナトリウム試液 ……173
次亜塩素酸ナトリウム試液，アンモニウム試験用 ……173
次亜臭素酸ナトリウム試液 ……173
ジアスターゼ ……543
ジアスターゼ・重曹散 ……543
ジアセチル ……173
ジアセチル試液 ……173
ジアゼパム ……543
ジアゾ化滴定用スルファニルアミド ……174
ジアゾ試液 ……174
ジアゾベンゼンスルホン酸試液 ……174
ジアゾベンゼンスルホン酸試液，濃 ……174
シアナミド ……544
1–シアノグアニジン ……174
シアノコバラミン ……174，545
シアノコバラミン注射液 ……545
6 % シアノプロピル－94 % ジメチルシリコーンポリマー，
　ガスクロマトグラフィー用 ……174
シアノプロピルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……247
7 % シアノプロピル－7 % フェニル–メチルシリコーン
　ポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ……174
2,3–ジアミノナフタリン ……174
次亜リン酸 ……174
シアン化カリウム ……174
シアン化カリウム試液 ……174
シアン酢酸 ……174
シアン酢酸エチル ……174
シアン標準原液 ……133
シアン標準液 ……134
ジェサコニチン，純度試験用 ……174
ジエタノールアミン ……175
ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子，
　液体クロマトグラフィー用 ……247
ジエチルアミノエチルセルロース，
　カラムクロマトグラフィー用 ……247
ジエチルアミン ……175
ジエチルエーテル ……175
ジエチルエーテル，生薬純度試験用 ……175
ジエチルエーテル，無水 ……175
ジエチルカルバマジンクエン酸塩 ……546
ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠 ……546
N,*N*–ジエチルジチオカルバミド酸銀 ……175
N,*N*–ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物 …175
ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛 ……175
ジエチルジチオカルバミン酸銀 ……175
ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム ……175
N,*N*–ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水和物 …175
N,*N*–ジエチル–*N*′–1–ナフチルエチレンジアミン
　シュウ酸塩 ……175
N,*N*–ジエチル–*N*′–1–ナフチルエチレンジアミン
　シュウ酸塩・アセトン試液 ……175
N,*N*–ジエチル–*N*′–1–ナフチルエチレンジアミン
　シュウ酸塩試液 ……175
ジエチレングリコール ……175
ジエチレングリコールアジピン酸エステル，
　ガスクロマトグラフィー用 ……175
ジエチレングリコールコハク酸エステル，
　ガスクロマトグラフィー用 ……175
ジエチレングリコールジメチルエーテル ……175
ジエチレングリコールモノエチルエーテル ……176
ジエチレングリコールモノエチルエーテル，水分測定用 …176
CMC ……437
CMC カルシウム ……438
CMC ナトリウム ……438
四塩化炭素 ……176
ジオウ ……1221
地黄 ……1221
ジオキサン ……176
1,4–ジオキサン ……176
ジオニン ……374
紫外可視吸光度測定法 ……38
歯科用アンチホルミン ……316
歯科用次亜塩素酸ナトリウム液 ……316
歯科用トリオジンクパスタ ……781
歯科用パラホルムパスタ ……853
歯科用フェノール・カンフル ……924
歯科用ヨード・グリセリン ……1115
ジギトキシン ……547
ジギトキシン錠 ……548
ジギトニン ……176
シクラシリン ……549
ジクロキサシリンナトリウム ……550
ジクロキサシリンナトリウム水和物 ……550
シクロスポリン ……550
シクロスポリン U ……176
ジクロフェナクナトリウム ……551
ジクロフェナミド ……552
ジクロフェナミド錠 ……553
シクロヘキサン ……176
シクロヘキシルアミン ……176
シクロヘキシルメタノール ……176
シクロペントラート塩酸塩 ……554
シクロホスファミド ……554
シクロホスファミド水和物 ……554
1,2–ジクロルエタン ……176
ジクロルフェナミド ……552
ジクロルフェナミド錠 ……553
2,6–ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム ……176
2,6–ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液
　……176
2,6–ジクロルフェノールインドフェノールナトリウム試液，
　滴定用 ……176
ジクロルフルオレセイン ……176
ジクロルフルオレセイン試液 ……176
ジクロルメタン ……176
2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液 ……176
2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液，滴定用 …176
2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 ……176
1,2–ジクロロエタン ……176
2,6–ジクロロフェノール ……176
ジクロロフルオレセイン ……176
ジクロロフルオレセイン試液 ……176
1,2–ジクロロベンゼン ……176
ジクロロメタン ……176

試験菌移植培地，テセロイキン用 ……176
試験菌移植培地斜面，テセロイキン用 ……176
シゴカ ……**1222**
刺五加 ……**1222**
ジゴキシン……176，**555**
ジゴキシン錠 ……**556**
ジゴキシン注射液 ……**557**
ジコッピ ……**1222**
地骨皮 ……**1222**
シコン ……**1222**
紫根 ……**1222**
次酢酸鉛試液 ……176
次酢酸鉛試液，希 ……176
シザンドリン，薄層クロマトグラフィー用 ……176
ジシクロヘキシル ……176
ジシクロヘキシルウレア ……176
N,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド……177
N,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・
　エタノール試液 ……177
N,*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・
　無水エタノール試液 ……177
次硝酸ビスマス……177，**558**
次硝酸ビスマス試液 ……177
ジスチグミン臭化物 ……**559**
ジスチグミン臭化物錠 ……**559**
L-システイン ……177
L-システイン塩酸塩一水和物 ……177
L-システイン酸 ……177
シスプラチン……177，**560**
ジスルフィラム ……**560**
磁製るつぼ ……248
ジソピラミド ……**561**
シソマイシン硫酸塩 ……**562**
紫蘇葉 ……**1236**
2,6-ジ-第三ブチル-*p*-クレゾール ……177
2,6-ジ-第三ブチル-*p*-クレゾール試液 ……177
シタラビン ……**563**
ジチオスレイトール ……177
1,1′-[3,3′-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-
　L-ジプロリン ……177
ジチゾン ……177
ジチゾン液，抽出用 ……177
ジチゾン試液 ……177
シッカニン ……**564**
シツリシ ……**1223**
蒺藜子 ……**1223**
シトシン ……177
ジドロゲステロン ……**564**
ジドロゲステロン，定量用 ……177
ジドロゲステロン錠 ……**565**
2,4-ジニトロクロルベンゼン ……177
2,4-ジニトロフェニルヒドラジン ……177
2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 ……177
2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・
　ジエチレングリコールジメチルエーテル試液 ……177
2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 ……177
2,4-ジニトロフェノール ……177
2,4-ジニトロフェノール試液 ……178
2,4-ジニトロフルオルベンゼン ……178
1,3-ジニトロベンゼン ……178
m-ジニトロベンゼン ……178
1,3-ジニトロベンゼン試液 ……178
m-ジニトロベンゼン試液 ……178
1,3-ジニトロベンゼン試液，アルカリ性 ……178
m-ジニトロベンゼン試液，アルカリ性 ……178
シネオール，定量用 ……178
ジノスタチン　スチマラマー ……**566**
ジノスタチンスチマラマー ……**566**
シノブファギン，成分含量測定用 ……178
ジノプロスト ……**567**
ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩 ……**568**
ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩 ……**569**
ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート ……**305**
2,4-ジヒドロキシ安息香酸 ……178
1,3-ジヒドロキシナフタレン ……178
2,7-ジヒドロキシナフタレン ……178
2,7-ジヒドロキシナフタレン試液 ……178
ジヒドロコデインリン酸塩 ……**570**
ジヒドロコデインリン酸塩散 1 % ……**571**
ジヒドロコデインリン酸塩散 10 % ……**572**
3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン ……179
ジビニルベンゼン-メタクリラート共重合体，
　液体クロマトグラフィー用 ……247
α,α′-ジピリジル……179
1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン ……179
ジピリダモール ……**572**
ジフェニドール塩酸塩 ……**573**
ジフェニル ……179
5 % ジフェニル・95 % ジメチルポリシロキサン，
　ガスクロマトグラフィー用 ……179
ジフェニルアミン ……179
ジフェニルアミン・酢酸試液 ……179
ジフェニルアミン・氷酢酸試液 ……179
ジフェニルアミン試液 ……179
9,10-ジフェニルアントラセン ……179
ジフェニルイミダゾール ……179
ジフェニルエーテル ……179
ジフェニルカルバジド ……179
ジフェニルカルバジド試液 ……179
ジフェニルカルバゾン ……179
ジフェニルカルバゾン試液 ……179
1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド ……179
1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド試液 ……179
ジフェニルヒダントイン ……**916**
ジフェニルヒダントイン散 ……**917**
ジフェニルヒダントイン錠 ……**917**
1,4-ジフェニルベンゼン ……179
ジフェンヒドラミン……179，**574**
ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散 ……**575**
ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント ……**575**
ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散 ……**575**
ジフェンヒドラミン塩酸塩 ……**574**
ジブカイン塩酸塩 ……**576**
ジ-*n*-ブチルエーテル ……179
2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール ……179
2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 ……179

ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛 ……179
ジフテリアトキソイド ……**576**
ジフテリア破傷風混合トキソイド ……**577**
ジプロピオン酸ベタメタゾン ……**1005**
ジプロフィリン ……179
シプロヘプタジン塩酸塩 ……**577**
シプロヘプタジン塩酸塩水和物 ……**577**
2,6-ジブロムキノンクロルイミド ……179
2,6-ジブロムキノンクロルイミド試液 ……179
2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン …180
2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液 ……180
2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミン試液，希 ……180
2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノンモノイミン ……180
2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノンモノイミン試液 ……180
2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-*p*-ベンゾキノンモノイミン試液，希 ……180
ジベカシン硫酸塩 ……**578**
ジベンジル ……180
脂肪油 ……180
シメチジン ……**578**
N,*N*-ジメチルアセトアミド ……180
ジメチルアニリン ……180
N,*N*-ジメチルアニリン ……180
4-ジメチルアミノアンチピリン ……180
4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド ……180
4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 ……180
p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド ……180
p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 ……180
ジメチルアミノフェノール ……180
ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……247
4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン ……180
4-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 ……180
p-ジメチルアミノベンジリデンロダニン ……180
p-ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 ……180
4-ジメチルアミノベンズアルデヒド ……180
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド ……181
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 ……181
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液，希 ……181
4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 …181
4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液，希 ……181
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 …181
4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 ……181
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 ……181
4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 ……181
4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 ……181
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 ……181
p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液，噴霧用 ……181
ジメチルアミン ……181
N,*N*-ジメチル-*n*-オクチルアミン ……181
ジメチルグリオキシム ……181
ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 ……181
ジメチルグリオキシム試液 ……181
ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り），薄層クロマトグラフィー用 ……247
ジメチルスルホキシド ……181
ジメチルスルホキシド，吸収スペクトル用 ……181
2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル，薄層クロマトグラフィー用 ……181
N,*N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム二塩酸塩 …181
ジメチルホルムアミド ……181
N,*N*-ジメチルホルムアミド ……181
N,*N*-ジメチルホルムアミド，液体クロマトグラフィー用 ……181
ジメドン ……181
ジメモルファンリン酸塩 ……**579**
ジメルカプロール ……**580**
ジメルカプロール注射液 ……**580**
ジメンヒドリナート ……**580**
ジメンヒドリナート錠 ……**581**
次没食子酸ビスマス ……**582**
ジモルホラミン ……**582**
ジモルホラミン，定量用 ……181
ジモルホラミン注射液 ……**583**
試薬・試液 ……135
弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液 ……**286**
弱塩基性 DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体（Cl 型） ……181
弱オピスコ注射液 ……**286**
弱酸性イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用 ……247
弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体（H 型） ……181
シャクヤク ……**1223**
芍薬 ……**1223**
シャクヤク末 ……**1224**
芍薬末 ……**1224**
ジャショウシ ……**1225**
蛇床子 ……**1225**
シャゼンシ ……**1225**
車前子 ……**1225**
シャゼンソウ ……**1225**
車前草 ……**1225**
重亜硫酸ナトリウム ……**302**
重塩酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……181
臭化イプラトロピウム ……**341**
臭化カリウム ……182,**584**
臭化カリウム，赤外吸収スペクトル用 ……182
臭化シアン試液 ……182
臭化ジスチグミン ……**559**
臭化ジスチグミン，定量用 ……182
臭化ジスチグミン錠 ……**559**
臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム ……182
臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム試液 ……182
臭化水素酸 ……182
臭化水素酸アレコリン，薄層クロマトグラフィー用 ……182
臭化水素酸スコポラミン ……182,**602**
臭化水素酸スコポラミン，薄層クロマトグラフィー用 ……182
臭化水素酸セファエリン ……182
臭化水素酸デキストロメトルファン ……**742**

臭化水素酸ホマトロピン ……*182*,***1040***
臭化ダクロニウム，薄層クロマトグラフィー用 ……*182*
臭化チメピジウム ……***728***
臭化 *n*–デシルトリメチルアンモニウム ……*182*
臭化 *n*–デシルトリメチルアンモニウム試液，0.005 mol/L ……*182*
臭化テトラ *n*–ブチルアンモニウム ……*182*
臭化テトラ *n*–プロピルアンモニウム ……*182*
臭化テトラ *n*–ヘプチルアンモニウム ……*182*
臭化テトラ *n*–ペンチルアンモニウム ……*183*
臭化ナトリウム……*183*,***584***
臭化パンクロニウム ……***863***
臭化ピリドスチグミン ……***901***
臭化ブチルスコポラミン ……***929***
臭化ブトロピウム ……***933***
臭化プロパンテリン……*183*,***981***
臭化メチルベナクチジウム ……***1082***
臭化メペンゾラート ……***1099***
臭化ヨウ素（Ⅱ） ……*183*
臭化リチウム ……*183*
重金属試験法 ……*21*
重クロム酸カリウム ……*183*
重クロム酸カリウム（標準試薬） ……*183*
重クロム酸カリウム・硫酸試液 ……*183*
1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液 ……*126*
重クロム酸カリウム試液 ……*183*
シュウ酸 ……*183*
シュウ酸アンモニウム ……*183*
シュウ酸アンモニウム一水和物 ……*183*
シュウ酸アンモニウム試液 ……*183*
0.05 mol/L シュウ酸液 ……*126*
0.005 mol/L シュウ酸液 ……*126*
シュウ酸塩 pH 標準液 ……*134*,*183*
シュウ酸試液 ……*183*
シュウ酸ナトリウム（標準試薬） ……*183*
0.005 mol/L シュウ酸ナトリウム液 ……*126*
シュウ酸 *N*–(1–ナフチル)–*N′*–ジエチルエチレンジアミン ……*183*
シュウ酸 *N*–(1–ナフチル)–*N′*–ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液 ……*183*
シュウ酸 *N*–(1–ナフチル)–*N′*–ジエチルエチレンジアミン試液 ……*183*
シュウ酸二水和物 ……*183*
重水，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
重水素化ギ酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
重水素化ジメチルスルホキシド，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
重水素化ピリジン，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
重水素化メタノール，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
重水素化溶媒，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*183*
臭素 ……*183*
臭素・酢酸試液 ……*183*
臭素・シクロヘキサン試液 ……*183*
臭素・水酸化ナトリウム試液 ……*183*
臭素・四塩化炭素試液 ……*183*
重曹 ……***705***
0.05 mol/L 臭素液 ……*126*
臭素酸カリウム ……*183*
1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 ……*126*
臭素試液 ……*183*
重炭酸ナトリウム ……***705***
重炭酸ナトリウム注射液 ……***705***
ジュウヤク ……***1226***
十薬 ……***1226***
シュクシャ ……***1226***
縮砂 ……***1226***
シュクシャ末 ……***1226***
縮砂末 ……***1226***
酒精剤 ……*11*
酒石酸……*183*,***585***
L–酒石酸 ……*183*
酒石酸アリメマジン ……***302***
酒石酸アンモニウム ……*183*
L–酒石酸アンモニウム ……*183*
酒石酸イフェンプロジル ……***340***
酒石酸エルゴタミン ……***395***
酒石酸カリウム ……*183*
酒石酸カリウムナトリウム ……*183*
酒石酸緩衝液，pH 3.0 ……*183*
酒石酸キタサマイシン ……***448***
酒石酸水素ナトリウム ……*183*
酒石酸水素ナトリウム一水和物 ……*183*
酒石酸水素ナトリウム試液 ……*183*
酒石酸第一鉄試液 ……*183*
酒石酸鉄（Ⅱ）試液 ……*183*
酒石酸ナトリウム ……*183*
酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 ……*183*
酒石酸ナトリウム二水和物 ……*184*
酒石酸プロチレリン ……***980***
酒石酸メトプロロール ……***1088***
酒石酸メトプロロール，定量用 ……*184*
酒石酸メトプロロール錠 ……***1089***
酒石酸レバロルファン ……***1157***
酒石酸レバロルファン，定量用 ……*184*
酒石酸レバロルファン注射液 ……***1158***
酒石酸ロイコマイシン ……***448***
純度試験用アコニチン ……*184*
純度試験用ジェサコニチン ……*184*
純度試験用ヒパコニチン ……*184*
純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 ……*184*
純度試験用メサコニチン ……*184*
消化力試験法 ……*76*
ショウキョウ ……***1226***
生姜 ……***1226***
ショウキョウ末 ……***1227***
生姜末 ……***1227***
錠剤 ……*11*
錠剤の摩損度試験法 ……*1598*
硝酸 ……*184*
硝酸，希 ……*184*
硝酸，発煙 ……*184*
硝酸アンモニウム ……*184*
硝酸イソソルビド ……***586***
硝酸イソソルビド錠 ……***586***
硝酸カリウム ……*184*

硝酸カルシウム ……184
硝酸カルシウム四水和物 ……184
硝酸銀……184,**585**
硝酸銀・アンモニア試液 ……184
0.1 mol/L 硝酸銀液 ……127
0.02 mol/L 硝酸銀液 ……127
0.01 mol/L 硝酸銀液 ……127
0.005 mol/L 硝酸銀液 ……127
0.001 mol/L 硝酸銀液 ……127
硝酸銀試液 ……184
硝酸銀点眼液 ……**585**
硝酸コバルト ……184
硝酸コバルト（Ⅱ）六水和物 ……184
硝酸試液，2 mol/L ……184
硝酸ジルコニル ……184
硝酸ジルコニル二水和物 ……184
硝酸ストリキニーネ，定量用 ……184
硝酸セリウム（Ⅲ）試液 ……184
硝酸セリウム（Ⅲ）六水和物 ……184
硝酸第一セリウム ……185
硝酸第一セリウム試液 ……185
硝酸第二鉄 ……185
硝酸第二鉄試液 ……185
硝酸チアミン……185,**716**
硝酸鉄（Ⅲ）九水和物 ……185
硝酸鉄（Ⅲ）試液 ……185
硝酸デヒドロコリダリン，成分含量測定用 ……185
硝酸ナトリウム ……185
硝酸ナファゾリン……185,**802**
硝酸ナファゾリン，定量用 ……185
硝酸鉛 ……185
硝酸鉛（Ⅱ） ……185
硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ） ……185
硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 ……185
硝酸バリウム ……185
硝酸バリウム試液 ……185
硝酸ビスマス ……185
硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 ……185
0.01 mol/L 硝酸ビスマス液 ……127
硝酸ビスマス五水和物 ……185
硝酸ビスマス試液 ……185
硝酸標準液 ……134
硝酸マグネシウム ……185
硝酸マグネシウム六水和物 ……185
硝酸ミコナゾール ……**1058**
常水 ……**595**
ショウズク ……**1227**
小豆蔻 ……**1227**
焦性ブドウ酸ナトリウム ……185
消石灰 ……**598**
焼セッコウ ……**1228**
焼石膏 ……**1228**
消毒用アルコール ……**368**
消毒用エタノール……185,**368**
消毒用石炭酸 ……**922**
消毒用石炭酸水 ……**923**
消毒用フェノール ……**922**
消毒用フェノール水 ……**923**
樟脳 ……**442**
ショウマ ……**1227**
升麻 ……**1227**
生薬試験法 ……88
生薬純度試験用アセトン ……185
生薬純度試験用アリストロキア酸Ⅰ ……185
生薬純度試験用エーテル ……185
生薬純度試験用ジエチルエーテル ……185
生薬純度試験用ヘキサン ……185
生薬の微生物限度試験法 ……91
蒸留水，注射用 ……185
[6]-ショーガオール，薄層クロマトグラフィー用 ……184
食塩 ……**400**
触媒用ラニーニッケル ……186
植物油 ……186
ジョサマイシン……186,**587**
ジョサマイシンプロピオン酸エステル ……**588**
ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩 ……**600**
シラスタチンアンモニウム，定量用 ……186
シラスタチンナトリウム ……**589**
ジラゼプ塩酸塩 ……**591**
ジラゼプ塩酸塩水和物 ……**591**
シリカゲル ……186
シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……247
シリカゲル，ガスクロマトグラフィー用 ……247
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用 ……247
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） …247
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（混合蛍光剤入り）
……247
シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用
（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り） ……247
シリコーン樹脂 ……187
シリコーン油 ……187
シリコン樹脂 ……187
シリコン油 ……187
ジルコニル・アリザリン S 試液 ……187
ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 ……187
ジルチアゼム塩酸塩 ……**591**
シロスタゾール ……**593**
シロスタゾール錠 ……**594**
シロップ剤 ……12
シロップ用ファロペネムナトリウム ……**914**
シンイ ……**1227**
辛夷 ……**1227**
シンコニジン ……187
シンコニン ……187
ジンコン ……187
ジンコン試液 ……187
浸剤・煎剤 ……12
親水性シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……247
親水軟膏 ……**806**
親水ワセリン ……**1170**
診断用クエン酸ナトリウム液 ……**459**
浸透圧測定法（オスモル濃度測定法）……43
シンナムアルデヒド，薄層クロマトグラフィー用 ……187

ス

水銀 ……*187*
水銀標準液 ……*134*
水酸化カリウム……*187*, ***597***
0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 ……*127*
0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 ……*128*
水酸化カリウム・エタノール試液 ……*187*
水酸化カリウム・エタノール試液，0.1 mol/L ……*187*
水酸化カリウム・エタノール試液，希 ……*187*
1 mol/L 水酸化カリウム液……*127*
0.5 mol/L 水酸化カリウム液 ……*127*
0.1 mol/L 水酸化カリウム液 ……*127*
水酸化カリウム試液 ……*187*
水酸化カリウム試液，0.02 mol/L ……*187*
水酸化カリウム試液，0.05 mol/L ……*187*
水酸化カリウム試液，8 mol/L ……*187*
水酸化カルシウム……*187*, ***598***
水酸化カルシウム，pH 測定用 ……*187*
水酸化カルシウム試液 ……*187*
水酸化カルシウム pH 標準液 ……*134*, *187*
水酸化第二銅 ……*187*
水酸化銅（Ⅱ） ……*187*
水酸化ナトリウム……*187*, ***598***
水酸化ナトリウム・ジオキサン試液 ……*188*
水酸化ナトリウム・メタノール試液 ……*188*
1 mol/L 水酸化ナトリウム液……*128*
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 ……*128*
0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 ……*128*
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 ……*128*
0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 ……*128*
0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 ……*128*
0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 ……*128*
水酸化ナトリウム試液 ……*187*
水酸化ナトリウム試液，0.01 mol/L ……*187*
水酸化ナトリウム試液，0.05 mol/L ……*187*
水酸化ナトリウム試液，0.2 mol/L ……*187*
水酸化ナトリウム試液，0.5 mol/L ……*188*
水酸化ナトリウム試液，2 mol/L ……*188*
水酸化ナトリウム試液，4 mol/L ……*188*
水酸化ナトリウム試液，6 mol/L ……*188*
水酸化ナトリウム試液，8 mol/L ……*188*
水酸化ナトリウム試液，希 ……*188*
水酸化バリウム ……*188*
水酸化バリウム試液 ……*188*
水酸化バリウム八水和物 ……*188*
水素 ……*188*
水素化ホウ素ナトリウム ……*188*
水分測定法（カールフィッシャー法）……*44*
水分測定用イミダゾール ……*188*
水分測定用エチレングリコール ……*188*
水分測定用塩化カルシウム ……*188*
水分測定用クロロホルム ……*188*
水分測定用試液 ……*188*
水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル ……*188*
水分測定用炭酸プロピレン ……*188*
水分測定用ピリジン ……*188*
水分測定用ホルムアミド ……*188*
水分測定用メタノール ……*188*
水分測定用 2-メチルアミノピリジン ……*188*
スウェルチアマリン，薄層クロマトグラフィー用 ……*188*
スキサメトニウム塩化物 ……***599***
スキサメトニウム塩化物水和物 ……***599***
スキサメトニウム塩化物注射液 ……***600***
スクラルファート ……***600***
スクラルファート水和物 ……***600***
スコポラミン臭化水素酸塩 ……***602***
スコポラミン臭化水素酸塩水和物 ……***602***
スズ ……*188*
スズ，熱分析用 ……*249*
スズ標準液 ……*134*
ズダンⅢ ……*188*
ズダンⅢ試液 ……*188*
スチレン ……*188*
スチレン-ジビニルベンゼン共重合体，
液体クロマトグラフィー用 ……*247*
p-スチレンスルホン酸ナトリウム ……*188*
ステアリルアルコール……*188*, ***602***
ステアリン酸 ……***603***
ステアリン酸，ガスクロマトグラフィー用 ……*188*
ステアリン酸エリスロマイシン ……***390***
ステアリン酸カルシウム ……***603***
ステアリン酸ポリオキシル 40 ……***605***
ステアリン酸マグネシウム ……***604***
ストレプトマイシン硫酸塩 ……***605***
スピラマイシン酢酸エステル ……***606***
スピロノラクトン ……***607***
スペクチノマイシン塩酸塩水和物 ……***608***
スルタミシリントシル酸塩 ……***609***
スルタミシリントシル酸塩水和物 ……***609***
スルチアム ……***610***
スルバクタムナトリウム ……***611***
スルバクタムナトリウム，スルバクタムペニシラミン用 …*189*
スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム ……*189*
スルピリド ……***612***
スルピリド，定量用 ……*189*
スルピリドカプセル ……***613***
スルピリド錠 ……***613***
スルピリン……*189*, ***614***
スルピリン，定量用 ……*189*
スルピリン水和物 ……***614***
スルピリン注射液 ……***614***
スルファサラジン ……***530***
スルファジアジン銀 ……***615***
スルファチアゾール ……*189*
スルファニルアミド ……*189*
スルファニルアミド，ジアゾ化滴定用 ……*189*
スルファニル酸 ……*189*
スルファフラゾール ……***618***
スルファミン酸（標準試薬） ……*189*
スルファミン酸アンモニウム ……*189*
スルファミン酸アンモニウム試液 ……*189*
スルファメチゾール ……***616***
スルファメトキサゾール ……***616***
スルファモノメトキシン ……***617***

スルファモノメトキシン水和物 ……***617***
スルフイソキサゾール ……***618***
スルフイソメゾール ……***616***
スルフィンピラゾン ……***618***
スルフィンピラゾン錠 ……***619***
スルベニシリンナトリウム ……***619***
スルホサリチル酸 ……*189*
スルホサリチル酸試液 ……*189*
5–スルホサリチル酸二水和物 ……*189*
スルホブロモフタレインナトリウム ……***620***
スルホブロモフタレインナトリウム注射液 ……***621***
L–スレオニン ……***797***

セ

製剤均一性試験法 ……*97*
製剤通則 ……*9*
製剤の粒度の試験法 ……*99*
制酸力試験法 ……*99*
青色リトマス紙 ……*248*
成人用沈降ジフテリアトキソイド ……***576***
精製塩酸 ……*189*
精製水……*189*, ***595***
精製水，アンモニウム試験用 ……*189*
精製水，滅菌 ……*189*
精製ゼラチン ……***688***
精製セラック ……***689***
精製デヒドロコール酸 ……***755***
精製白糖 ……***838***
精製メタノール ……*189*
精製ラノリン ……***1126***
精製硫酸 ……*189*
生石灰 ……***538***
成分含量測定用アルブチン ……*189*
成分含量測定用塩酸エメチン ……*189*
成分含量測定用カプサイシン ……*189*
成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム ……*189*
成分含量測定用（*E*）–ケイ皮酸 ……*189*
成分含量測定用ゲニポシド ……*189*
成分含量測定用サイコサポニン a ……*189*
成分含量測定用サイコサポニン b_2……*189*
成分含量測定用サイコサポニン d ……*189*
成分含量測定用シノブファギン ……*189*
成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン ……*189*
成分含量測定用センノシド A……*189*
成分含量測定用センノシド B……*190*
成分含量測定用バルバロイン ……*190*
成分含量測定用ブファリン ……*190*
成分含量測定用ペオノール ……*190*
成分含量測定用ヘスペリジン ……*190*
成分含量測定用マグノロール ……*190*
成分含量測定用リンコフィリン ……*190*
成分含量測定用レジブフォゲニン ……*190*
製薬用水の品質管理 ……*1599*
精油 ……*190*
西洋ワサビペルオキシダーゼ ……*190*
生理食塩液……*190*, ***626***
ゼオライト（孔径 0.5 nm），ガスクロマトグラフィー用 …*247*
赤外吸収スペクトル測定法 ……*40*
赤外吸収スペクトル用塩化カリウム ……*190*
赤外吸収スペクトル用臭化カリウム ……*190*
赤色リトマス紙 ……*248*
石炭酸 ……***922***
石炭酸水 ……***923***
石油エーテル ……*190*
石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物(L)，ガスクロマトグラフィー用 ……*190*
石油ベンジン……*190*, ***627***
赤リン ……*190*
セクレチン標準品用ウシ血清アルブミン試液 ……*190*
セクレチン用ウシ血清アルブミン試液 ……*190*
セスキオレイン酸ソルビタン……*190*, ***698***
セタノール……*190*, ***627***
石灰乳 ……*190*
赤血球浮遊液，A 型……*190*
赤血球浮遊液，B 型……*190*
セッコウ ……***1228***
石膏 ……***1228***
セトラキサート塩酸塩 ……***627***
セトリミド ……*190*
セネガ ……***1228***
セネガシロップ ……***1229***
セネガ末 ……***1229***
セファクロル ……***629***
セファクロルカプセル ……***630***
セファクロル細粒 ……***633***
セファクロル複合顆粒 ……***631***
セファゾリンナトリウム ……***634***
セファゾリンナトリウム水和物 ……***635***
セファトリジンプロピレングリコール……*190*, ***636***
セファドロキシル……*190*, ***637***
セファピリンナトリウム ……***638***
セファレキシン ……***639***
セファロチンナトリウム ……***640***
セフィキシム ……***642***
セフェピム塩酸塩水和物 ……***643***
セフォジジムナトリウム ……***645***
セフォセリス 3–エン異性体 ……*190*
セフォゾプラン塩酸塩 ……***647***
セフォタキシムナトリウム ……***648***
セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩 ……***651***
セフォチアム塩酸塩 ……***649***
セフォチアムヘキセチル塩酸塩 ……***651***
セフォテタン ……***653***
セフォペラゾンナトリウム ……***655***
セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒 ……***658***
セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠 ……***658***
セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物 ……***656***
セフカペンピボキシル塩酸塩細粒 ……***658***
セフカペンピボキシル塩酸塩錠 ……***658***
セフカペンピボキシル塩酸塩水和物 ……***656***
セフジトレン　ピボキシル ……***659***
セフジトレン　ピボキシル細粒 ……***660***
セフジトレン　ピボキシル錠 ……***661***
セフジトレンピボキシル ……***659***
セフジトレンピボキシル細粒 ……***660***

セフジトレンピボキシル錠 ……661
セフジニル ……662
セフジニルカプセル ……663
セフジニル細粒 ……664
セフジニルラクタム環開裂ラクトン ……190
セフスロジンナトリウム ……665
セフタジジム ……666
セフタジジム水和物 ……666
セフチゾキシムナトリウム ……668
セフチブテン ……669
セフチブテン水和物 ……669
セフテラム　ピボキシル ……670
セフテラム　ピボキシル細粒 ……671
セフテラムピボキシル ……670
セフテラムピボキシル細粒 ……671
セフトリアキソンナトリウム ……672
セフトリアキソンナトリウム水和物 ……672
セフピラミドナトリウム ……674
セフピロム硫酸塩 ……676
セフブペラゾンナトリウム ……677
セフポドキシム　プロキセチル ……678
セフポドキシムプロキセチル ……678
セフミノクスナトリウム ……679
セフミノクスナトリウム水和物 ……679
セフメタゾールナトリウム ……680
セフメノキシム塩酸塩 ……681
セフロキサジン ……683
セフロキサジン水和物 ……683
セフロキシム　アキセチル ……684
セフロキシムアキセチル ……684
セフロキシムナトリウム ……686
セミミクロケルダール法 ……22
セラセフェート ……687
ゼラチン……190, 688
ゼラチン，酸処理 ……190
ゼラチン・トリス緩衝液 ……190
ゼラチン・トリス緩衝液，pH 8.0 ……191
ゼラチン・リン酸塩緩衝液 ……191
ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH 7.0 ……191
ゼラチン・リン酸塩緩衝液，pH 7.4 ……191
ゼラチン試液 ……190
ゼラチン製ペプトン ……190
セラペプターゼ ……690
セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 ……191
L-セリン ……191
セルモロイキン（遺伝子組換え） ……691
セルモロイキン，液体クロマトグラフィー用 ……191
セルモロイキン用緩衝液 ……191
セルモロイキン用基質緩衝液 ……191
セルモロイキン用濃縮ゲル ……191
セルモロイキン用培養液 ……191
セルモロイキン用分離ゲル ……191
セルロース，薄層クロマトグラフィー用 ……247
セルロース，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） …247
セレン ……191
セレン標準原液 ……134
セレン標準液 ……134
センキュウ ……1229
川芎 ……1229
センキュウ末 ……1229
川芎末 ……1229
旋光度測定法 ……46
センコツ ……1230
川骨 ……1230
前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル ……191
前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル ……191
センソ ……1230
蟾酥 ……1230
センナ ……1231
センナ末 ……1232
センノシド A，成分含量測定用……191
センノシド A，薄層クロマトグラフィー用……191
センノシド B，成分含量測定用 ……192
センブリ ……1233
センブリ・重曹散 ……1234
センブリ末 ……1233

ソ

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ……192
ソウジュツ ……1234
蒼朮 ……1234
ソウジュツ末 ……1235
蒼朮末 ……1235
ソウハクヒ ……1235
桑白皮 ……1235
ソーダ石灰 ……192
ソボク ……1235
蘇木 ……1235
ソヨウ ……1236
蘇葉 ……1236
ソルビタンセスキオレイン酸エステル ……698
D-ソルビット ……698
D-ソルビット液 ……699
D-ソルビトール ……192, 698
D-ソルビトール，ガスクロマトグラフィー用 ……192
D-ソルビトール液 ……699

タ

第一リン酸カルシウム ……1151
ダイオウ ……1236
大黄 ……1236
大黄甘草湯エキス ……1238
ダイオウ末 ……1237
大黄末 ……1237
第三アミルアルコール ……192
第三ブタノール ……192
第 Xa 因子……192
第 Xa 因子試液……192
第十五改正日本薬局方における国際調和 ……1602
ダイズ製ペプトン ……192
ダイズ油……192, 700
タイソウ ……1239
大棗 ……1239
大腸菌由来たん白質 ……192

大腸菌由来たん白質原液 ……192
第二ブタノール ……192
第二リン酸カルシウム ……1150
胎盤性性腺刺激ホルモン ……625
ダウノルビシン塩酸塩 ……700
タウリン……192, 701
タクシャ ……1239
沢瀉 ……1239
タクシャ末 ……1240
沢瀉末 ……1240
ダクチノマイシン ……253
多孔質シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……247
多孔性アクリロニトリル–ジビニルベンゼン共重合体
（孔径 0.06 ～ 0.08 μm，100 ～ 200 m²/g），
ガスクロマトグラフィー用 ……247
多孔性エチルビニルベンゼン–ジビニルベンゼン共重合体
（平均孔径 0.0075 μm，500 ～ 600 m²/g），
ガスクロマトグラフィー用 ……247
多孔性スレチン–ジビニルベンゼン共重合体
（平均孔径 0.0085 μm，300 ～ 400 m²/g），
ガスクロマトグラフィー用 ……247
多孔性ポリマービーズ，ガスクロマトグラフィー用 ……247
脱色フクシン試液 ……192
タップ密度 ……61
タムスロシン塩酸塩 ……701
タランピシリン塩酸塩 ……702
多硫化アンモニウム試液 ……192
タルク……192, 703
タングステン酸ナトリウム ……192
タングステン（Ⅵ）酸ナトリウム二水和物 ……192
炭酸アンモニウム ……193
炭酸アンモニウム試液 ……193
炭酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 9.6 ……193
炭酸塩 pH 標準液……134
炭酸ガス ……812
炭酸カリウム……193, 704
炭酸カリウム，無水 ……193
炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液 ……193
炭酸カルシウム ……193
炭酸水素アンモニウム ……193
炭酸水素カリウム ……193
炭酸水素ナトリウム……193, 705
炭酸水素ナトリウム，pH 測定用 ……193
炭酸水素ナトリウム試液 ……193
炭酸水素ナトリウム注射液 ……705
炭酸水素ナトリウム注射液，7 % ……193
炭酸脱水酵素 ……193
炭酸銅 ……193
炭酸銅一水和物 ……193
炭酸ナトリウム……193, 706
炭酸ナトリウム（標準試薬） ……193
炭酸ナトリウム，pH 測定用 ……193
炭酸ナトリウム，無水 ……193
炭酸ナトリウム試液 ……193
炭酸ナトリウム試液，0.55 mol/L ……193
炭酸ナトリウム十水和物 ……193
炭酸ナトリウム水和物 ……706
炭酸プロピレン ……193
炭酸プロピレン，水分測定用 ……193
炭酸マグネシウム ……706
炭酸リチウム ……707
胆汁酸塩 ……193
単シロップ ……708
ダントロレンナトリウム ……709
ダントロレンナトリウム水和物 ……709
タンナルビン ……710
単軟膏 ……710
タンニン酸……193, 710
タンニン酸アルブミン ……710
タンニン酸試液 ……193
タンニン酸ジフェンヒドラミン……193, 710
タンニン酸ベルベリン ……711
たん白質消化酵素試液 ……193
たん白質定量法 ……1617

チ

チアマゾール ……712
チアマゾール錠 ……712
チアミラールナトリウム ……713
チアミン塩化物塩酸塩 ……714
チアミン塩化物塩酸塩散 ……716
チアミン塩化物塩酸塩注射液 ……716
チアミン塩酸塩 ……714
チアミン塩酸塩散 ……716
チアミン塩酸塩注射液 ……716
チアミン硝化物 ……716
チアラミド塩酸塩 ……717
チアラミド塩酸塩錠 ……718
チアントール……193, 719
3–チエニルエチルペニシリンナトリウム ……193
チオアセトアミド ……193
チオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 ……193
チオアセトアミド試液 ……193
チオグリコール酸 ……193
チオグリコール酸ナトリウム ……193
チオグリコール酸培地Ⅰ，無菌試験用 ……193
チオグリコール酸培地Ⅱ，無菌試験用 ……194
チオシアン酸アンモニウム ……194
チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 ……194
チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 ……194
0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 ……128
0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 ……128
チオシアン酸アンモニウム試液 ……194
チオシアン酸カリウム ……194
チオシアン酸カリウム試液 ……194
チオシアン酸第一鉄試液 ……194
チオシアン酸鉄（Ⅱ）試液 ……194
チオジグリコール ……194
チオセミカルバジド ……194
チオテパ ……720
チオ尿素 ……194
チオ尿素試液 ……194
チオペンタール，定量用 ……194
チオペンタールナトリウム ……721
チオリダジン塩酸塩 ……722

チオ硫酸ナトリウム……194, 723
0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液……129
0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液……129
0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液……129
0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液……129
0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液……129
0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液……129
チオ硫酸ナトリウム五水和物……194
チオ硫酸ナトリウム試液……194
チオ硫酸ナトリウム水和物……723
チオ硫酸ナトリウム注射液……723
チクセツサポニンⅣ，薄層クロマトグラフィー用……194
チクセツニンジン……1240
竹節人参……1240
チクセツニンジン末……1240
竹節人参末……1240
チクロピジン塩酸塩……723
チザニジン塩酸塩……724
チタンエロー……194
窒素……194, 725
窒素定量法（セミミクロケルダール法）……22
チトクロム c……194
チニダゾール……726
チペピジンヒベンズ酸塩……726
チペピジンヒベンズ酸塩錠……727
チミン……194
チメピジウム臭化物……728
チメピジウム臭化物水和物……728
チメロサール……194
チモ……1240
知母……1240
チモール……194, 729
チモール，定量用……194
チモールフタレイン……194
チモールフタレイン試液……194
チモールブルー……194
チモールブルー・ジオキサン試液……194
チモールブルー・1,4–ジオキサン試液……194
チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液……194
チモールブルー・*N*,*N*–ジメチルホルムアミド試液……195
チモールブルー試液……194
チモールブルー試液，希……194
チモロールマレイン酸塩……729
注射剤……12
注射剤の採取容量試験法……100
注射剤の不溶性異物検査法……101
注射剤の不溶性微粒子試験法……101
注射剤用ガラス容器試験法……109
注射用アセチルコリン塩化物……272
注射用アムホテリシン B……296
注射用アモバルビタールナトリウム……299
注射用イダルビシン塩酸塩……338
注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム……345
注射用塩化アセチルコリン……272
注射用塩化スキサメトニウム……600
注射用塩酸イダルビシン……338
注射用塩酸セフェピム……644
注射用塩酸セフォゾプラン……648
注射用塩酸セフォチアム……650
注射用塩酸バンコマイシン……865
注射用塩酸ヒドララジン……873
注射用コハク酸プレドニゾロンナトリウム……966
注射用ジフェニルヒダントインナトリウム……917
注射用蒸留水……195
注射用水……195, 596
注射用スキサメトニウム塩化物……600
注射用血清性性腺刺激ホルモン……623
注射用胎盤性性腺刺激ホルモン……626
注射用セフェピム塩酸塩……644
注射用セフォゾプラン塩酸塩……648
注射用セフォチアム塩酸塩……650
注射用チアミラールナトリウム……714
注射用チオペンタールナトリウム……722
注射用テセロイキン（遺伝子組換え）……752
注射用バンコマイシン塩酸塩……865
注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン……626
注射用ヒドララジン塩酸塩……873
注射用ピペラシリンナトリウム……891
注射用ビンブラスチン硫酸塩……909
注射用ファモチジン……912
注射用フェニトインナトリウム……917
注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム……966
注射用フロモキセフナトリウム……991
注射用ホスホマイシンナトリウム……1037
注射用硫酸ビンブラスチン……909
抽出用ジチゾン液……195
中心静脈栄養剤中の微量アルミニウム試験法……1620
中性アルミナ，4 % 含水……195
中性アルミナ，カラムクロマトグラフィー用……247
中性アルミナ，クロマトグラフィー用……247
中性洗剤……195
中和エタノール……195
丁香……1241
丁香末……1241
チョウジ……1241
丁子……1241
チョウジ末……1241
丁子末……1241
チョウジ油……1241
丁子油……1241
チョウトウコウ……1242
釣藤鉤……1242
釣藤鈎……1242
貼付剤……13
チョレイ……1242
猪苓……1242
チョレイ末……1243
猪苓末……1243
L–チロジン……195
チンキ剤……13
チンク油……730
沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド……577
沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン……897
沈降精製百日せきワクチン……897
沈降炭酸カルシウム……704
沈降破傷風トキソイド……842

沈降はぶトキソイド ……**846**
沈降 B 型肝炎ワクチン ……**866**
チンピ ……**1243**
陳皮 ……**1243**

ツ

ツバキ油 ……**731**
椿油 ……**731**
ツボクラリン塩化物 ……**731**
ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物 ……**731**
ツボクラリン塩化物塩酸塩注射液 ……**732**
ツボクラリン塩化物注射液 ……**732**
ツロブテロール塩酸塩 ……**732**

テ

DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体（Cl 型），弱塩基性 ……*195*
テイコプラニン ……**733**
定性反応 ……*22*
低置換度ヒドロキシプロピルセルロース ……**876**
p,*p*′-DDE（2,2-ビス(4-クロロフェニル)-1,1-ジクロロエチレン） ……*195*
o,*p*′-DDT（1,1,1-トリクロロ-2-(2-クロロフェニル)-2-(4-クロロフェニル)エタン） ……*195*
p,*p*′-DDT（1,1,1-トリクロロ-2,2-ビス(4-クロロフェニル)エタン） ……*195*
p,*p*′-DDD（2,2-ビス(4-クロロフェニル)-1,1-ジクロロエタン） ……*195*
低分子量ヘパリン，分子量測定用 ……*195*
定量分析用ろ紙 ……*248*
定量用アジマリン ……*195*
定量用アセトアルデヒド ……*195*
定量用アミドトリゾ酸 ……*195*
定量用アラセプリル ……*195*
定量用イオタラム酸 ……*195*
定量用イオポダートナトリウム ……*195*
定量用イソニアジド ……*195*
定量用エタクリン酸 ……*195*
定量用エチドロン酸二ナトリウム ……*195*
定量用エナント酸メテノロン ……*195*
定量用塩化ベンゼトニウム ……*195*
定量用塩酸エチレフリン ……*195*
定量用塩酸エフェドリン ……*195*
定量用塩酸オキシコドン ……*195*
定量用塩酸クロルプロマジン ……*195*
定量用塩酸チアラミド ……*195*
定量用塩酸ドパミン ……*195*
定量用塩酸トリメタジジン ……*195*
定量用塩酸ニカルジピン ……*195*
定量用塩酸パパベリン ……*195*
定量用塩酸ヒドララジン ……*195*
定量用塩酸ヒドロコタルニン ……*195*
定量用塩酸プロカイン ……*196*
定量用塩酸プロカインアミド ……*196*
定量用塩酸プロプラノロール ……*196*
定量用塩酸ペチジン ……*196*
定量用塩酸ベニジピン ……*196*
定量用塩酸ベラパミル ……*196*
定量用 *dl*-塩酸メチルエフェドリン ……*196*
定量用塩酸メトホルミン ……*196*
定量用塩酸メピバカイン ……*196*
定量用塩酸モルヒネ ……*196*
定量用カイニン酸 ……*196*
定量用クロルジアゼポキシド ……*196*
定量用クロルプロパミド ……*196*
定量用サリチル酸 ……*196*
定量用ザルトプロフェン ……*196*
定量用サントニン ……*196*
定量用ジドロゲステロン ……*196*
定量用シネオール ……*196*
定量用ジモルホラミン ……*196*
定量用臭化ジスチグミン ……*196*
定量用酒石酸メトプロロール ……*196*
定量用酒石酸レバロルファン ……*196*
定量用硝酸ストリキニーネ ……*196*
定量用硝酸ナファゾリン ……*196*
定量用シラスタチンアンモニウム ……*196*
定量用スルピリド ……*196*
定量用スルピリン ……*196*
定量用チオペンタール ……*196*
定量用チモール ……*196*
定量用ドキシフルリジン ……*196*
定量用ニコモール ……*196*
定量用ニセルゴリン ……*196*
定量用ニトレンジピン ……*196*
定量用ハロペリドール ……*196*
定量用ヒト血清アルブミン ……*196*
定量用ヒベンズ酸チペピジン ……*196*
定量用ファモチジン ……*196*
定量用フェノール ……*196*
定量用フェノールスルホンフタレイン ……*196*
定量用ブフェキサマク ……*196*
定量用フマル酸ベンシクラン ……*196*
定量用プラゼパム ……*196*
定量用フルラゼパム ……*196*
定量用プロピルチオウラシル ……*196*
定量用フロプロピオン ……*196*
定量用ベザフィブラート ……*196*
定量用ボグリボース ……*196*
定量用マレイン酸ペルフェナジン ……*196*
定量用マレイン酸メチルエルゴメトリン ……*196*
定量用メシル酸ベタヒスチン ……*196*
定量用メチルドパ ……*196*
定量用メトクロプラミド ……*196*
定量用メトロニダゾール ……*196*
定量用メフルシド ……*196*
定量用 *l*-メントール ……*196*
定量用ヨウ化イソプロピル ……*196*
定量用ヨウ化カリウム ……*196*
定量用ヨウ化メチル ……*196*
定量用ヨウ素 ……*196*
定量用リシノプリル ……*196*
定量用リドカイン ……*196*
定量用硫酸アトロピン ……*196*

定量用硫酸ベタニジン ……*196*
定量用リン酸コデイン ……*196*
定量用リン酸ジヒドロコデイン ……*196*
定量用ワルファリンカリウム ……*196*
2′–デオキシウリジン，液体クロマトグラフィー用……*196*
テオフィリン……*196*, ***735***
テガフール ……***736***
1–デカンスルホン酸ナトリウム ……*197*
1–デカンスルホン酸ナトリウム試液，0.0375 mol/L ……*197*
デキサメサゾン ……***737***
デキサメタゾン ……***737***
デキストラン 40 ……***738***
デキストラン 40 注射液 ……***739***
デキストラン 70 ……***739***
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ 5 ……***740***
デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ 18 ……***741***
デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ 5 ……***740***
デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ 18 ……***741***
デキストリン ……***741***
デキストロメトルファン臭化水素酸塩 ……***742***
デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物 ……***742***
滴定終点検出法 ……*46*
滴定用 2,6–ジクロロインドフェノールナトリウム試液 …*197*
テストステロンエナント酸エステル ……***743***
テストステロンエナント酸エステル注射液 ……***743***
テストステロンプロピオン酸エステル ……***744***
テストステロンプロピオン酸エステル注射液 ……***744***
デスラノシド ……***745***
デスラノシド注射液 ……***746***
テセロイキン（遺伝子組換え） ……***746***
テセロイキン用細胞懸濁液 ……*197*
テセロイキン用参照抗インターロイキン–2 抗体 ……*197*
テセロイキン用試験菌移植培地 ……*197*
テセロイキン用試験菌移植培地斜面 ……*197*
テセロイキン用等電点マーカー ……*197*
テセロイキン用発色試液 ……*197*
テセロイキン用普通寒天培地 ……*197*
テセロイキン用分子量マーカー ……*197*
テセロイキン用力価測定用培地 ……*197*
デソキシコール酸ナトリウム ……*197*
鉄 ……*197*
鉄・フェノール試液 ……*197*
鉄・フェノール試液，希 ……*197*
鉄試験法 ……*27*
鉄試験用アスコルビン酸 ……*197*
鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.5 ……*197*
鉄標準液 ……*134*
鉄粉 ……*197*
テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 ……*197*
テトラカイン塩酸塩 ……***753***
テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミン，
　ガスクロマトグラフィー用 ……*197*
テトラクロロ金（Ⅲ）酸試液 ……*198*
テトラクロロ金（Ⅲ）酸四水和物 ……*197*
テトラクロロ金試液 ……*198*
テトラサイクリン ……*198*
テトラサイクリン塩酸塩 ……***753***
テトラヒドロキシキノン ……*198*
テトラヒドロキシキノン指示薬 ……*198*
テトラヒドロフラン ……*198*
テトラヒドロフラン，液体クロマトグラフィー用 ……*198*
テトラヒドロフラン，ガスクロマトグラフィー用 ……*198*
テトラフェニルホウ酸ナトリウム ……*198*
0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 ……*129*
テトラフェニルボロンカリウム試液 ……*198*
テトラフェニルボロンナトリウム ……*198*
0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 ……*129*
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・
　メタノール試液 ……*198*
10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・
　メタノール試液 ……*198*
0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 ……*129*
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 ……*198*
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，40 %……*198*
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液，
　0.005 mol/L ……*198*
テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル
　カリウム塩 ……*198*
テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル試液 …*198*
テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル
　カリウム ……*198*
テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 …*198*
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド ……*198*
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・
　メタノール液 ……*130*
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・
　メタノール試液 ……*199*
0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 ……*129*
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 ……*130*
0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 …*130*
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 ……*199*
テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液，pH 5.5 ……*199*
N,*N*,*N*′,*N*′–テトラメチルエチレンジアミン ……*199*
テトラメチルシラン，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*199*
3,3′,5,5′–テトラメチルベンジジン二塩酸塩二水和物 ……*199*
デバルダ合金 ……*199*
デヒドロコール酸 ……***754***
デヒドロコール酸注射液 ……***755***
デヒドロコール酸ナトリウム注射液 ……***755***
デフェロキサミンメシル酸塩 ……***756***
テフロン，ガスクロマトグラフィー用 ……*247*
N–デメチルエリスロマイシン ……*199*
デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩 ……***757***
N–デメチルロキシスロマイシン ……*199*
テルフェニル ……*199*
p–テルフェニル ……*199*
テルブタリン硫酸塩 ……***758***
デルマトール ……***582***
テレビン油……*199*, ***759***
テレフタル酸 ……*199*
テレフタル酸，ガスクロマトグラフィー用 ……*199*
テレフタル酸ジエチル ……*199*
点眼剤 ……*14*
点眼剤の不溶性微粒子試験法 ……*103*
天台烏薬 ……***1180***
天然ケイ酸アルミニウム ……***507***

デンプン ……199
デンプン，溶性 ……199
デンプン・塩化ナトリウム試液 ……199
デンプン試液 ……199
でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液 ……199
でんぷん消化力試験用フェーリング試液 ……199
テンマ ……**1243**
天麻 ……**1243**
テンモンドウ ……**1243**
天門冬 ……**1243**

ト

銅 ……199
銅（標準試薬） ……199
銅エチレンジアミン試液，1 mol/L ……199
トウガシ ……**1244**
冬瓜子 ……**1244**
トウガラシ ……**1244**
トウガラシ・サリチル酸精 ……**1246**
トウガラシチンキ ……**1246**
トウガラシ末 ……**1245**
透過率校正用光学フィルター ……249
トウキ ……**1247**
当帰 ……**1247**
トウキ末 ……**1247**
当帰末 ……**1247**
銅試液，アルカリ性 ……200
銅試液，たん白質含量試験用アルカリ性 ……200
等張塩化ナトリウム注射液 ……**626**
等張食塩液 ……**626**
等電点電気泳動法 ……1621
等電点マーカー，テセロイキン用 ……200
導電率測定法 ……48
導電率測定用塩化カリウム ……200
トウニン ……**1247**
桃仁 ……**1247**
トウニン末 ……**1248**
桃仁末 ……**1248**
トウヒ ……**1248**
橙皮 ……**1248**
Cu–PAN ……200
Cu–PAN 試液 ……200
トウヒシロップ ……**1248**
橙皮シロップ ……**1248**
トウヒチンキ ……**1249**
橙皮チンキ ……**1249**
銅標準原液 ……134
銅標準液 ……134
トウモロコシデンプン ……**760**
トウモロコシ澱粉 ……**760**
トウモロコシ油 ……200, **760**
当薬 ……**1233**
当薬末 ……**1233**
銅溶液，アルカリ性 ……200
ドキサプラム塩酸塩 ……**761**
ドキサプラム塩酸塩水和物 ……**761**
ドキシサイクリン塩酸塩 ……**761**
ドキシサイクリン塩酸塩水和物 ……**761**
ドキシフルリジン ……200, **763**
ドキシフルリジン，定量用 ……200
ドキシフルリジンカプセル ……**764**
ドキソルビシン塩酸塩 ……**765**
ドコサン酸メチル ……200
トコフェロール ……200, **766**
dl–α–トコフェロール ……**766**
トコフェロールコハク酸エステルカルシウム ……**766**
トコフェロール酢酸エステル ……**768**
トコフェロールニコチン酸エステル ……**769**
トコン ……**1249**
吐根 ……**1249**
トコンシロップ ……**1250**
吐根シロップ ……**1250**
トコン末 ……**1250**
吐根末 ……**1250**
トシル酸スルタミシリン ……**609**
トチュウ ……**1251**
杜仲 ……**1251**
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム ……200
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液 ……134
トドララジン塩酸塩 ……**770**
トドララジン塩酸塩水和物 ……**770**
ドパミン塩酸塩 ……**771**
ドパミン塩酸塩注射液 ……**771**
トフィソパム ……**772**
ドブタミン塩酸塩 ……**772**
トブラマイシン ……**773**
ドーフル散 ……**1173**
トラガント ……**1251**
トラガント末 ……201, **1251**
ドラーゲンドルフ試液 ……200
ドラーゲンドルフ試液，噴霧用 ……201
トラザミド ……**774**
トラネキサム酸 ……**775**
トラネキサム酸カプセル ……**776**
トラネキサム酸錠 ……**777**
トラネキサム酸注射液 ……**777**
トラピジル ……**778**
トリアムシノロン ……**779**
トリアムシノロンアセトニド ……201, **779**
トリアムテレン ……**780**
トリエタノールアミン ……201
トリエチルアミン ……201
トリエチルアミン・リン酸緩衝液，pH 5.0 ……201
トリエチルアミン緩衝液，pH 3.2 ……201
トリクロホスナトリウム ……**781**
トリクロホスナトリウムシロップ ……**782**
トリクロル酢酸 ……201
トリクロルメチアジド ……**783**
トリクロルメチアジド錠 ……**784**
トリクロロ酢酸 ……201
トリクロロ酢酸試液 ……201
トリクロロ酢酸試液，セラペプターゼ用 ……201
トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 ……201
1,1,2–トリクロロ–1,2,2–トリフルオロエタン ……201
トリクロロフルオロメタン ……201

トリコマイシン ……***786***
トリシン ……*201*
トリス・塩酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 7.5 ……*201*
トリス・塩酸塩緩衝液，0.2 mol/L，pH 7.4 ……*201*
トリス・酢酸緩衝液，pH 6.5 ……*201*
トリス緩衝液，0.05 mol/L，pH 7.0 ……*201*
トリス緩衝液，0.05 mol/L，pH 8.6 ……*201*
トリス緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0 ……*201*
トリス緩衝液，0.5 mol/L，pH 6.8 ……*201*
トリス緩衝液，1.5 mol/L，pH 8.8 ……*201*
トリス緩衝液，エンドトキシン試験用 ……*201*
トリス緩衝液，pH 7.0 ……*201*
トリス緩衝液，pH 8.2 ……*201*
トリス緩衝液，pH 8.4 ……*201*
トリス緩衝液，pH 9.5 ……*201*
トリスヒドロキシメチルアミノメタン ……*201*
トリデカンスルホン酸ナトリウム ……*201*
2,4,6–トリニトロフェノール ……*201*
2,4,6–トリニトロフェノール・エタノール試液 ……*202*
2,4,6–トリニトロフェノール試液 ……*202*
2,4,6–トリニトロフェノール試液，アルカリ性 ……*202*
2,4,6–トリニトロベンゼンスルホン酸 ……*202*
トリフェニルクロルメタン ……*202*
トリフェニルクロロメタン ……*202*
2,3,5–トリフェニル–2*H*–テトラゾリウム塩酸塩 ……*202*
2,3,5–トリフェニル–2*H*–テトラゾリウム塩酸塩試液 ……*202*
トリプシン，液体クロマトグラフィー用 ……*202*
トリプシンインヒビター ……*202*
トリプシンインヒビター試液 ……*202*
トリプシン試液，ウリナスタチン試験用 ……*202*
トリプシン試液，エルカトニン試験用 ……*202*
L–トリプトファン……*202*, ***787***
トリフルオロ酢酸 ……*202*
トリフルオロ酢酸，核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*202*
トリフルオロ酢酸試液 ……*202*
トリヘキシフェニジル塩酸塩 ……***788***
トリヘキシフェニジル塩酸塩錠 ……***788***
トリメタジオン ……***789***
トリメタジオン錠 ……***790***
トリメタジジン塩酸塩 ……***790***
トリメタジジン塩酸塩錠 ……***791***
トリメチルシリルイミダゾール ……*202*
トリメチルシリル化シリカゲル，
　液体クロマトグラフィー用 ……*247*
3–トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム，
　核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*202*
3–トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム–d_4，
　核磁気共鳴スペクトル測定用 ……*202*
トリメトキノール塩酸塩 ……***792***
トリメトキノール塩酸塩水和物 ……***792***
トリメブチンマレイン酸塩 ……***793***
トルイジンブルー ……*202*
トルイジンブルー O……*202*
o–トルイル酸 ……*202*
トルエン ……*202*
o–トルエンスルホンアミド ……*202*
p–トルエンスルホンアミド ……*203*
トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 ……*203*
トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 ……*203*
p–トルエンスルホン酸 ……*203*
p–トルエンスルホン酸一水和物 ……*203*
トルナフタート ……***794***
トルナフタート液 ……***794***
トルナフテート ……***794***
トルナフテート液 ……***794***
トルブタミド……*203*, ***795***
トルブタミド錠 ……***795***
トルペリゾン塩酸塩 ……***796***
L–トレオニン……*203*, ***797***
トレピブトン ……***797***
トローチ剤 ……*14*
トロピカミド ……***798***
ドロペリドール ……***799***
トロンビン……*203*, ***799***
豚脂 ……***800***

ナ

ナイスタチン ……***800***
ナタネ油 ……***801***
菜種油 ……***801***
ナタマイシン ……***895***
NK–7 細胞 ……*203*
ナトリウム ……*203*
ナトリウム，金属 ……*203*
ナトリウム標準原液 ……*134*
ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート ……*203*
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・ジオキサン液 ……*130*
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4–ジオキサン液 ……*130*
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 ……*130*
ナドロール ……***801***
七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 ……*203*
七モリブデン酸六アンモニウム試液 ……*203*
七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 ……*203*
七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・
　硫酸第二セリウム試液 ……*203*
ナファゾリン・クロルフェニラミン液 ……***803***
ナファゾリン塩酸塩 ……***802***
ナファゾリン硝酸塩 ……***802***
ナフタレン ……*203*
1,3–ナフタレンジオール ……*203*
1,3–ナフタレンジオール試液 ……*203*
2–ナフタレンスルホン酸 ……*203*
2–ナフタレンスルホン酸ナトリウム ……*203*
α–ナフチルアミン ……*203*
1–ナフチルアミン ……*203*
ナフチルエチレンジアミン試液 ……*203*
N–1–ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 ……*203*
ナフトキノンスルホン酸カリウム ……*204*
1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム ……*204*
ナフトキノンスルホン酸カリウム試液 ……*204*
1,2–ナフトキノン–4–スルホン酸カリウム試液 ……*204*
β–ナフトキノンスルホン酸ナトリウム……*204*
ナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液 ……*204*
α–ナフトール ……*203*
β–ナフトール……*203*

1-ナフトール ……203
1-ナフトール・硫酸試液 ……204
2-ナフトール ……203
α-ナフトール試液 ……203
β-ナフトール試液 ……203
1-ナフトール試液 ……203
2-ナフトール試液 ……203
α-ナフトールベンゼイン ……203
p-ナフトールベンゼイン ……203
α-ナフトールベンゼイン試液 ……203
p-ナフトールベンゼイン試液 ……203
ナプロキセン ……**804**
鉛標準原液 ……134
鉛標準液 ……134
ナリジクス酸 ……204, **804**
ナリンギン，薄層クロマトグラフィー用 ……204
ナルコチン ……**830**
ナロキソン塩酸塩 ……**805**
軟膏剤 ……14

ニ

二亜硫酸ナトリウム ……204
二亜硫酸ナトリウム試液 ……204
ニガキ ……**1252**
苦木 ……**1252**
ニガキ末 ……**1252**
苦木末 ……**1252**
ニカルジピン塩酸塩 ……**807**
ニカルジピン塩酸塩注射液 ……**807**
肉エキス ……204
肉製ペプトン ……204
二クロム酸カリウム ……204
二クロム酸カリウム（標準試薬） ……204
二クロム酸カリウム・硫酸試液 ……204
1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 ……130
二クロム酸カリウム試液 ……204
β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド（β-NAD） …204
β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド（β-NAD）試液 ……204
ニコチン酸 ……**808**
ニコチン酸 dl-α-トコフェロール ……**769**
ニコチン酸アミド ……204, **809**
ニコチン酸注射液 ……**809**
ニコチン酸トコフェロール ……**769**
ニコモール ……**810**
ニコモール，定量用 ……204
ニコモール錠 ……**811**
ニコランジル ……**811**
二酢酸 N,N′-ジベンジルエチレンジアミン ……204
二酸化イオウ ……205
二酸化セレン ……205
二酸化炭素 ……205, **812**
二酸化チタン ……205
二酸化チタン試液 ……205
二酸化鉛 ……205
二酸化マンガン ……205
二シュウ酸三水素カリウム二水和物，pH 測定用 ……205
ニセリトロール ……**813**
ニセルゴリン ……**814**
ニセルゴリン，定量用 ……205
ニセルゴリン散 ……**815**
ニセルゴリン錠 ……**816**
日局生物薬品のウイルス安全性確保の基本要件 ……1623
ニッケル，熱分析用 ……249
ニッケル標準液 ……134
ニトラゼパム ……**817**
2,2′,2″-ニトリロトリエタノール ……205
2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液，pH 7.8 ……205
ニトレンジピン ……**818**
ニトレンジピン，定量用 ……205
ニトレンジピン錠 ……**819**
4-ニトロアニリン ……205
4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 ……205
p-ニトロアニリン ……205
p-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液 ……205
4-ニトロ塩化ベンジル ……205
p-ニトロ塩化ベンジル ……205
4-ニトロ塩化ベンゾイル ……205
p-ニトロ塩化ベンゾイル ……205
ニトログリセリン錠 ……**820**
α-ニトロソ-β-ナフトール ……205
α-ニトロソ-β-ナフトール試液 ……205
1-ニトロソ-2-ナフトール ……205
1-ニトロソ-2-ナフトール試液 ……205
1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム ……205
2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド ……205
o-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド ……206
3-ニトロフェノール ……206
4-ニトロフェノール ……206
o-ニトロフェノール ……206
ニトロプルシドナトリウム ……206
ニトロプルシドナトリウム試液 ……206
4-(4-ニトロベンジル)ピリジン ……206
2-ニトロベンズアルデヒド ……206
o-ニトロベンズアルデヒド ……206
ニトロベンゼン ……206
4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 ……206
4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 ……206
p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 ……206
p-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液，噴霧用 ……206
4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート ……206
p-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート ……206
ニトロメタン ……206
2 倍濃厚乳糖ブイヨン ……206
ニフェジピン ……206, **821**
日本脳炎ワクチン ……**822**
日本薬局方の通則等に規定する動物由来医薬品起源としての動物に求められる要件 ……1636
乳酸 ……206, **822**
乳酸エタクリジン ……**255**
乳酸カルシウム ……**823**
乳酸カルシウム水和物 ……**823**
乳酸試液 ……206
乳製カゼイン ……206

乳糖……*206*, ***824***
α–乳糖・*β*–乳糖混合物（1：1）……*206*
乳糖一水和物 ……*206*
乳糖基質試液 ……*206*
乳糖基質試液，
　ペニシリウム由来 *β*–ガラクトシダーゼ用 ……*206*
乳糖水和物 ……***824***
乳糖ブイヨン ……*206*
乳糖ブイヨン，2 倍濃厚 ……*206*
乳糖ブイヨン，3 倍濃厚 ……*206*
ニュートラルレッド ……*206*
ニュートラルレッド試液 ……*206*
尿素……*206*, ***825***
二硫化炭素 ……*206*
二硫酸カリウム ……*206*
ニルバジピン ……***825***
ニルバジピン錠 ……***826***
ニンジン ……***1252***
人参 ……***1252***
ニンジン末 ……***1253***
人参末 ……***1253***
ニンドウ ……***1254***
忍冬 ……***1254***
ニンヒドリン ……*206*
ニンヒドリン・アスコルビン酸試液 ……*206*
ニンヒドリン・L–アスコルビン酸試液 ……*206*
ニンヒドリン・塩化スズ（Ⅱ）試液 ……*207*
ニンヒドリン・塩化第一スズ試液 ……*207*
ニンヒドリン・酢酸試液 ……*207*
0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1–ブタノール試液 ……*207*
ニンヒドリン・ブタノール試液 ……*207*
ニンヒドリン・硫酸試液 ……*207*
ニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液 ……*207*
ニンヒドリン試液 ……*207*

ネ

ネオスチグミンメチル硫酸塩 ……***827***
ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液 ……***828***
ネオマイシン硫酸塩 ……***939***
ネスラー管 ……*249*
ネチルマイシン硫酸塩 ……***829***
熱分析法 ……*49*
熱分析用 *α*–アルミナ ……*249*
熱分析用インジウム ……*249*
熱分析用スズ ……*249*
熱分析用ニッケル ……*249*
粘度計校正用標準液 ……*134*
粘度測定法 ……*50*

ノ

濃塩化ベンザルコニウム液 50 ……***1019***
濃グリセリン ……***466***
濃グリセロール ……***466***
濃クロモトロープ酸試液 ……*207*
濃クロモトロプ酸試液 ……*207*
濃厚乳糖ブイヨン，2 倍 ……*207*
濃厚乳糖ブイヨン，3 倍 ……*207*
濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液 ……*207*
濃縮ゲル，セルモロイキン用 ……*207*
濃ベンザルコニウム塩化物液 50 ……***1019***
濃ヨウ化カリウム試液 ……*207*
ノスカピン ……***830***
ノスカピン塩酸塩 ……***830***
ノスカピン塩酸塩水和物 ……***830***
ノニル酸バニリルアミド ……*207*
ノニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノール，
　ガスクロマトグラフィー用 ……*207*
ノルアドレナリン ……***831***
ノルアドレナリン注射液 ……***831***
ノルエチステロン ……***832***
ノルエピネフリン ……***831***
ノルエピネフリン注射液 ……***831***
ノルゲストレル ……***833***
ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠 ……***833***
ノルトリプチリン塩酸塩 ……***835***
ノルフロキサシン ……***835***

ハ

バイオテクノロジー応用医薬品/生物起源由来医薬品
　の製造に用いる細胞基材に対するマイコプラズマ
　否定試験 ……*1638*
バイカリン，薄層クロマトグラフィー用 ……*207*
培地充てん試験法 ……*1641*
ハイドロサルファイトナトリウム ……*207*
バイモ ……***1255***
貝母 ……***1255***
培養液，セルモロイキン用 ……*207*
はかり ……*249*
はかり及び分銅 ……*249*
バカンピシリン塩酸塩 ……***836***
麦芽糖 ……***1054***
白色セラック ……***689***
白色軟膏 ……***806***
白色ワセリン ……***1169***
薄層クロマトグラフィー ……*35*
薄層クロマトグラフィー用アストラガロシドⅣ ……*207*
薄層クロマトグラフィー用アトラクチレノリドⅢ ……*207*
薄層クロマトグラフィー用アミグダリン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用 2–アミノ–5–
　クロロベンゾフェノン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用アリソール A……*207*
薄層クロマトグラフィー用アルブチン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用イカリイン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用イミダゾール ……*207*
薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム ……*207*
薄層クロマトグラフィー用塩化ベルベリン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用塩酸 1,1–ジフェニル–4–
　ピペリジノ–1–ブテン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用オウゴニン ……*207*
薄層クロマトグラフィー用オクタデシル
　シリル化シリカゲル ……*247*

薄層クロマトグラフィー用オクタデシル
　シリル化シリカゲル（蛍光剤入り）……247
薄層クロマトグラフィー用オストール……207
薄層クロマトグラフィー用カプサイシン……207
薄層クロマトグラフィー用[6]-ギンゲロール……207
薄層クロマトグラフィー用ギンセノシド Rg_1……207
薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸……207
薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム……207
薄層クロマトグラフィー用クロロゲン酸……208
薄層クロマトグラフィー用（2-クロロフェニル)-
　ジフェニルメタノール……208
薄層クロマトグラフィー用（*E*)-ケイ皮酸……208
薄層クロマトグラフィー用ゲニポシド……208
薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸……208
薄層クロマトグラフィー用ゲンチオピクロシド……208
薄層クロマトグラフィー用コール酸……208
薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン a……208
薄層クロマトグラフィー用サイコサポニン b_2……208
薄層クロマトグラフィー用シザンドリン……208
薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル
　（蛍光剤入り）……248
薄層クロマトグラフィー用 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェ
　ニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル…208
薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸アレコリン……208
薄層クロマトグラフィー用臭化水素酸スコポラミン……208
薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム……208
薄層クロマトグラフィー用[6]-ショーガオール……208
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル……248
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）……248
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
　（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）……248
薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
　（混合蛍光剤入り）……248
薄層クロマトグラフィー用シンナムアルデヒド……208
薄層クロマトグラフィー用スウェルチアマリン……208
薄層クロマトグラフィー用セルロース……248
薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）……248
薄層クロマトグラフィー用センノシド A……208
薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニンⅣ……208
薄層クロマトグラフィー用ナリンギン……208
薄層クロマトグラフィー用バイカリン……208
薄層クロマトグラフィー用バルバロイン……208
薄層クロマトグラフィー用
　3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-
　プロペン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液……208
薄層クロマトグラフィー用プエラリン……208
薄層クロマトグラフィー用フマル酸……208
薄層クロマトグラフィー用ペオニフロリン……208
薄層クロマトグラフィー用ペオノール……208
薄層クロマトグラフィー用ヘスペリジン……208
薄層クロマトグラフィー用ベルゲニン……208
薄層クロマトグラフィー用ポリアミド……248
薄層クロマトグラフィー用ポリアミド（蛍光剤入り）……248
薄層クロマトグラフィー用メシル酸
　ジヒドロエルゴクリスチン……208
薄層クロマトグラフィー用 2-メチル-
　5-ニトロイミダゾール……208
薄層クロマトグラフィー用 3-*O*-メチルメチルドパ……208
薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム……208
薄層クロマトグラフィー用リクイリチン……208
薄層クロマトグラフィー用（*Z*)-リグスチリド……208
薄層クロマトグラフィー用リトコール酸……208
薄層クロマトグラフィー用リモニン……208
薄層クロマトグラフィー用硫酸アトロピン……208
薄層クロマトグラフィー用ルテオリン……208
薄層クロマトグラフィー用レイン……208
薄層クロマトグラフィー用レジブフォゲニン……208
薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム……208
薄層クロマトグラフィー用ロガニン……208
白糖……208, **837**
麦門冬……**1255**
バクモンドウ……**1255**
白蝋……**1059**
バクロフェン……**839**
バクロフェン錠……**840**
馬血清……208
バシトラシン……**841**
パスカルシウム……**847**
パスカルシウム顆粒……**848**
パスカルシウム水和物……**847**
バソプレシン……208
バソプレシン注射液……**842**
ハチマイシン……**786**
ハチミツ……**1255**
蜂蜜……**1255**
波長及び透過率校正用光学フィルター……249
波長校正用光学フィルター……249
発煙硝酸……208
発煙硫酸……208
ハッカ……**1256**
薄荷……**1256**
ハッカ水……**1256**
薄荷水……**1256**
ハッカ油……209, **1256**
薄荷油……**1256**
発色試液，テセロイキン用……209
発色性合成基質……209
発熱性物質試験法……79
パップ剤……14
パップ用複方オウバク散……**1186**
バナジン酸アンモニウム……209
バナジン（Ⅴ）酸アンモニウム……209
パニペネム……**843**
バニリン……209
バニリン・塩酸試液……209
バニリン・硫酸・エタノール試液……209
バニリン・硫酸試液……209
ハヌス試液……209
パパベリン塩酸塩……**845**
パパベリン塩酸塩注射液……**846**
ハマボウフウ……**1257**
浜防風……**1257**
バメタン硫酸塩……**846**
パモ酸ヒドロキシジン……**874**
パモ酸ピランテル……**899**
パラアミノサリチル酸カルシウム……**847**

パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒 ……**848**
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物 ……**847**
パラオキシ安息香酸 ……209
パラオキシ安息香酸イソアミル ……209
パラオキシ安息香酸イソブチル ……209
パラオキシ安息香酸イソプロピル ……209
パラオキシ安息香酸エチル……209,**848**
パラオキシ安息香酸ブチル……209,**849**
パラオキシ安息香酸プロピル……209,**849**
パラオキシ安息香酸ベンジル ……209
パラオキシ安息香酸メチル……209,**850**
パラセタモール ……**273**
パラフィン……209,**850**
パラフィン，流動 ……209
パラホルムアルデヒド ……**852**
H-D-バリル-L-ロイシル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド二塩酸塩 ……209
L-バリン……209,**853**
バルサム ……209
パルナパリンナトリウム ……**854**
バルバロイン，成分含量測定用 ……209
バルバロイン，薄層クロマトグラフィー用 ……210
バルビタール……210,**856**
バルビタール緩衝液 ……210
バルビタールナトリウム ……210
バルプロ酸ナトリウム ……**856**
パルミチン酸，ガスクロマトグラフィー用 ……210
パルミチン酸クロラムフェニコール ……**490**
パルミチン酸レチノール ……**1155**
バレイショデンプン……210,**857**
バレイショ澱粉 ……**857**
バレイショデンプン試液 ……210
バレイショデンプン試液，でんぷん消化力試験用 ……210
ハロキサゾラム ……**858**
ハロタン ……**859**
ハロペリドール ……**860**
ハロペリドール，定量用 ……210
ハロペリドール錠 ……**861**
パンクレアチン ……**862**
パンクレアチン用リン酸塩緩衝液 ……210
パンクロニウム臭化物 ……**863**
ハンゲ ……**1257**
半夏 ……**1257**
バンコマイシン塩酸塩 ……**863**
蕃椒 ……**1244**
蕃椒末 ……**1245**
パンテチン ……**865**
パントテン酸カルシウム ……**866**

ヒ

α-BHC（α-ヘキサクロロシクロヘキサン） ……210
β-BHC（β-ヘキサクロロシクロヘキサン）……211
γ-BHC（γ-ヘキサクロロシクロヘキサン）……211
δ-BHC（δ-ヘキサクロロシクロヘキサン）……211
pH 測定法……53
pH 測定用水酸化カルシウム ……210
pH 測定用炭酸水素ナトリウム ……210
pH 測定用炭酸ナトリウム ……210
pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物 ……210
pH 測定用フタル酸水素カリウム ……210
pH 測定用ホウ酸ナトリウム ……210
pH 測定用無水リン酸一水素ナトリウム ……210
pH 測定用四シュウ酸カリウム ……210
pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 ……210
pH 測定用リン酸水素二ナトリウム ……210
pH 測定用リン酸二水素カリウム ……210
pH 標準液，シュウ酸塩 ……134
pH 標準液，水酸化カルシウム ……134
pH 標準液，炭酸塩 ……134
pH 標準液，フタル酸塩 ……134
pH 標準液，ホウ酸塩 ……134
pH 標準液，リン酸塩 ……134
B 型赤血球浮遊液……211
光遮蔽型自動微粒子測定器校正用標準粒子 ……249
ピクリン酸 ……211
ピクリン酸・エタノール試液 ……211
ピクリン酸試液 ……211
ピクリン酸試液，アルカリ性 ……211
ヒコアト注射液 ……**408**
ピコスルファートナトリウム ……**867**
ピコスルファートナトリウム水和物 ……**867**
ビサコジル ……**867**
ビサコジル坐剤 ……**868**
BGLB ……211
比重及び密度測定法 ……55
非水滴定用アセトン ……211
非水滴定用酢酸 ……211
非水滴定用酢酸水銀（Ⅱ）試液 ……211
非水滴定用酢酸第二水銀試液 ……211
非水滴定用氷酢酸 ……211
4,4′-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン ……211
L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 ……211
ビストリメチルシリルアセトアミド ……211
N,*N*′-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド ……211
ビス-(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン） ……211
ビスマス酸ナトリウム ……211
微生物限度試験法 ……79
微生物殺滅法 ……1644
ヒ素試験法 ……28
ヒ素標準原液 ……134
ヒ素標準液 ……134
ヒ素分析用亜鉛 ……211
ビタミン A カプセル ……**869**
ビタミン A 酢酸エステル ……**1154**
ビタミン A 定量法……54
ビタミン A 定量用 2-プロパノール……211
ビタミン A パルミチン酸エステル ……**1155**
ビタミン A 油 ……**869**
ビタミン A 油カプセル ……**869**
ビタミン B_1 塩酸塩 ……**714**
ビタミン B_1 塩酸塩散 ……**716**
ビタミン B_1 塩酸塩注射液 ……**716**
ビタミン B_1 硝酸塩 ……**716**

ビタミン B_2 ……**1139**
ビタミン B_2 散 ……**1140**
ビタミン B_2 酪酸エステル ……**1140**
ビタミン B_2 リン酸エステル ……**1141**
ビタミン B_2 リン酸エステル注射液 ……**1142**
ビタミン B_6 ……**900**
ビタミン B_6 注射液 ……**900**
ビタミン B_{12} ……**545**
ビタミン B_{12} 注射液……**545**
ビタミン C……**262**
ビタミン C 散 ……**263**
ビタミン C 注射液 ……**263**
ビタミン D_2 ……**394**
ビタミン D_3 ……**525**
ビタミン E……**766**
ビタミン E コハク酸エステルカルシウム ……**766**
ビタミン E 酢酸エステル ……**768**
ビタミン E ニコチン酸エステル ……**769**
ビタミン K_1 ……**915**
ヒトインスリン（遺伝子組換え）……**870**
ヒトインスリンデスアミド体含有試液 ……*211*
ヒトインスリン二量体含有試液 ……*211*
ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン ……**623**
ヒト血清アルブミン，定量用 ……*212*
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン ……**625**
ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液 ……*212*
ヒト正常血漿 ……*212*
ヒト正常血漿乾燥粉末 ……*212*
人全血液 ……**872**
人免疫グロブリン ……**872**
ヒト由来アンチトロンビンⅢ ……*212*
ヒドラジン一水和物 ……*212*
ヒドララジン塩酸塩 ……**872**
ヒドララジン塩酸塩散 ……**873**
ヒドララジン塩酸塩錠 ……**873**
m-ヒドロキシアセトフェノン ……*212*
p-ヒドロキシアセトフェノン ……*212*
3-ヒドロキシ安息香酸 ……*212*
N-(2-ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル ……*212*
1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール ……*212*
N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-*N*′-2-エタンスルホン酸 ……*212*
d-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-〔2-(ジメチルアミノ)エチル〕-2-(4-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5*H*)-オン塩酸塩 ……*212*
d-3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-〔2-(ジメチルアミノ)エチル〕-2-(*p*-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5*H*)-オン塩酸塩 ……*213*
ヒドロキシジン塩酸塩 ……**874**
ヒドロキシジンパモ酸塩 ……**874**
2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 ……*213*
N-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド ……*213*
3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 ……*213*
ヒドロキシプロピルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……*248*
ヒドロキシプロピルセルロース ……**875**
ヒドロキシプロピルメチルセルロース ……**887**
ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル …**888**
ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート ……**888**
2-[4-(2-ヒドロキシメチル)-1-ピペラジニル]プロパンスルホン酸 ……*213*
3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸 ……*213*
3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-2-(*E*)-プロペン酸・(*E*)-フェルラ酸混合試液，薄層クロマトグラフィー用 ……*213*
ヒドロキシルアミン試液 ……*213*
ヒドロキシルアミン試液，アルカリ性 ……*213*
ヒドロキソコバラミン酢酸塩 ……**877**
ヒドロキノン ……*213*
ヒドロクロロチアジド ……**878**
ヒドロコタルニン塩酸塩 ……**879**
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物 ……**879**
ヒドロコルチゾン……*213*,**880**
ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏 ……**885**
ヒドロコルチゾンコハク酸エステル ……**880**
ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム ……**881**
ヒドロコルチゾン酢酸エステル ……**882**
ヒドロコルチゾン酪酸エステル ……**883**
ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム ……**884**
2-ビニルピリジン ……*213*
1-ビニル-2-ピロリドン ……*213*
ヒパコニチン，純度試験用 ……*213*
比表面積測定法 ……*62*
比表面積測定用 α-アルミナ ……*249*
2,2′-ビピリジル ……*214*
2-(4-ビフェニリル)プロピオン酸 ……*214*
ビフォナゾール ……**894**
ピブメシリナム塩酸塩 ……**886**
ヒプロメロース ……**887**
ヒプロメロースフタル酸エステル ……**888**
ピペミド酸三水和物 ……**889**
ピペミド酸水和物 ……**889**
ピペラシリンナトリウム ……**890**
ピペラジンアジピン酸塩 ……**892**
ピペラジンリン酸塩 ……**892**
ピペラジンリン酸塩錠 ……**893**
ピペラジンリン酸塩水和物 ……**892**
ビペリデン塩酸塩 ……**893**
ヒベンズ酸チペピジン ……**726**
ヒベンズ酸チペピジン，定量用 ……*214*
ヒベンズ酸チペピジン錠 ……**727**
ヒポキサンチン ……*214*
ビホナゾール ……**894**
ヒマシ油……*214*,**894**
ピマリシン ……**895**
非無菌医薬品の微生物学的品質特性 ……*1645*
ヒメクロモン ……**896**
ビャクシ ……**1257**
白芷 ……**1257**
ビャクジュツ ……**1258**
白朮 ……**1258**
ビャクジュツ末 ……**1258**

白朮末 ……**1258**
氷酢酸……*214*,**527**
氷酢酸，非水滴定用 ……*214*
氷酢酸・硫酸試液 ……*214*
標準液 ……*133*
標準品 ……*117*
標準粒子，光遮蔽型自動微粒子測定器校正用 ……*249*
標準粒子等 ……*248*
ピラジナミド ……**897**
ピラゾール ……*214*
ピラルビシン ……**898**
ピランテルパモ酸塩 ……**899**
1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール ……*215*
ピリジン ……*215*
ピリジン，水分測定用 ……*215*
ピリジン，無水 ……*215*
ピリジン・酢酸試液 ……*215*
ピリジン・ピラゾロン試液 ……*215*
ピリドキシン塩酸塩 ……**900**
ピリドキシン塩酸塩注射液 ……**900**
ピリドスチグミン臭化物 ……**901**
ヒルスチン ……*215*
ピレノキシン ……**902**
ピレンゼピン塩酸塩水和物 ……**902**
ピロ亜硫酸ナトリウム ……**903**
ピロアンチモン酸カリウム ……*215*
ピロアンチモン酸カリウム試液 ……*215*
ピロカルピン塩酸塩 ……**904**
ピロガロール ……*215*
ピロキシカム ……**905**
ピロキシリン ……**905**
L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩 ……*215*
L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩試液 ……*215*
ピロ硫酸カリウム ……*215*
ピロリン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 9.0 ……*215*
ピロリン酸塩緩衝液，pH 9.0 ……*215*
ピロリン酸カリウム ……*215*
ピロール ……*215*
ピロールニトリン ……**906**
ビワヨウ ……**1258**
枇杷葉 ……**1258**
ビンクリスチン硫酸塩 ……**907**
ピンドロール ……**908**
ビンブラスチン硫酸塩 ……**908**
ビンロウジ ……**1259**
檳榔子 ……**1259**

フ

ファモチジン ……**910**
ファモチジン，定量用 ……*215*
ファモチジン散 ……**911**
ファモチジン錠 ……**911**
ファロペネムナトリウム ……**913**
ファロペネムナトリウム錠 ……**914**
ファロペネムナトリウム水和物 ……**913**
フィトナジオン……*215*,**915**
フィトメナジオン ……**915**
フィブリノーゲン ……*215*
ブイヨン，普通 ……*215*
フェナセチン ……*215*
フェナゾン ……**316**
1,10-フェナントロリン一水和物 ……*215*
1,10-フェナントロリン試液 ……*216*
o-フェナントロリン ……*215*
o-フェナントロリン試液 ……*216*
フェニトイン ……**916**
フェニトイン散 ……**917**
フェニトイン錠 ……**917**
フェニルアラニン ……*216*
L-フェニルアラニン ……**918**
フェニル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……*248*
D-フェニルグリシン ……*216*
25 % フェニル－25 % シアノプロピル－メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ……*216*
フェニルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 ……*248*
フェニルヒドラジン ……*216*
フェニルブタゾン ……**918**
フェニルフルオロン ……*216*
フェニルフルオロン・エタノール試液 ……*216*
35 % フェニル-メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ……*216*
50 % フェニル-メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ……*216*
65 % フェニル-メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 ……*216*
1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン ……*216*
50 % フェニル－50 % メチルポリシロキサン，ガスクロマトグラフィー用 ……*216*
フェニレフリン塩酸塩 ……**919**
o-フェニレンジアミン ……*216*
o-フェニレンジアミン二塩酸塩 ……*216*
フェネチシリンカリウム ……**920**
フェノバルビタール ……**921**
フェノバルビタール散 ……**921**
フェノバルビタール散 10 % ……**921**
フェノバルビタールナトリウム ……*216*
フェノール……*216*,**922**
フェノール，定量用 ……*216*
フェノール・亜鉛華リニメント ……**923**
フェノール・ニトロプルシドナトリウム試液 ……*216*
フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 ……*217*
フェノール塩酸試液 ……*216*
フェノール水 ……**923**
p-フェノールスルホン酸ナトリウム ……*216*
フェノールスルホンフタレイン ……**924**
フェノールスルホンフタレイン，定量用 ……*216*
フェノールスルホンフタレイン注射液 ……**925**
フェノールフタレイン ……*216*
フェノールフタレイン・チモールブルー試液 ……*217*
フェノールフタレイン試液 ……*216*
フェノールレッド ……*217*

フェノールレッド試液 ……217
フェノールレッド試液，希 ……217
プエラリン，薄層クロマトグラフィー用 ……217
フェリシアン化カリウム ……217
0.1 mol/L フェリシアン化カリウム液 ……130
0.05 mol/L フェリシアン化カリウム液 ……130
フェリシアン化カリウム試液 ……217
フェリシアン化カリウム試液，アルカリ性 ……217
フェーリング試液 ……217
フェーリング試液，でんぷん消化力試験用 ……217
(*E*)-フェルラ酸 ……217
フェロシアン化カリウム ……217
フェロシアン化カリウム試液 ……217
フェンタニルクエン酸塩 ……**925**
フェンネル油 ……**1179**
フェンブフェン ……**926**
フォリン試液 ……217
フォリン試液，希 ……217
フクシン ……217
フクシン・エタノール試液 ……217
フクシン亜硫酸試液 ……217
フクシン試液，脱色 ……217
複方アクリノール・チンク油 ……**257**
複方オキシコドン・アトロピン注射液 ……**408**
複方オキシコドン注射液 ……**407**
複方サリチル酸精 ……**532**
複方サリチル酸メチル精 ……**535**
複方ジアスターゼ・重曹散 ……**543**
複方ダイオウ・センナ散 ……**1238**
複方チアントール・サリチル酸液 ……**719**
複方ヒコデノン注射液 ……**407**
複方ビタミン B 散 ……**869**
複方ヨード・グリセリン ……**1116**
複方ロートエキス・ジアスターゼ散 ……**1282**
ブクモロール塩酸塩 ……**926**
ブクリョウ ……**1259**
茯苓 ……**1259**
ブクリョウ末 ……**1259**
茯苓末 ……**1259**
ブシ ……**1260**
ブシ末 ……**1261**
ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液，純度試験用 …217
フシジン酸ナトリウム ……**927**
ブシ用リン酸塩緩衝液 ……217
ブシラミン ……217, **928**
ブスルファン ……**928**
1-ブタノール ……217
2-ブタノール ……217
n-ブタノール ……218
1-ブタノール，アンモニア飽和 ……217
ブタノール，イソ ……218
ブタノール，第三 ……218
ブタノール，第二 ……218
2-ブタノン ……218
o-フタルアルデヒド ……218
フタルイミド ……218
フタル酸 ……218
フタル酸塩 pH 標準液 ……134
フタル酸ジエチル ……218
フタル酸ジシクロヘキシル ……218
フタル酸ジノニル ……218
フタル酸ジフェニル ……218
フタル酸ジ-*n*-ブチル ……218
フタル酸ジメチル ……218
フタル酸水素カリウム ……218
フタル酸水素カリウム（標準試薬） ……218
フタル酸水素カリウム，pH 測定用 ……219
フタル酸水素カリウム緩衝液，0.3 mol/L，pH 4.6 ……219
フタル酸水素カリウム緩衝液，pH 3.5 ……219
フタル酸水素カリウム緩衝液，pH 4.6 ……219
フタル酸水素カリウム緩衝液，pH 5.6 ……219
フタル酸水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 ……219
フタレインパープル ……219
n-ブチルアミン ……219
t-ブチルアルコール ……219
ブチルスコポラミン臭化物 ……**929**
tert-ブチルメチルエーテル ……219
ブチロラクトン ……219
普通カンテン培地 ……219
普通カンテン培地，テセロイキン用 ……219
普通ブイヨン ……219
フッ化水素酸 ……219
フッ化ナトリウム ……219
フッ化ナトリウム（標準試薬） ……219
フッ化ナトリウム試液 ……219
フッ素標準液 ……134
沸点測定法及び蒸留試験法 ……57
ブドウ酒 ……**930**
ブドウ糖 ……219, **932**
ブドウ糖・ペプトン培地，無菌試験用 ……219
ブドウ糖試液 ……219
ブドウ糖注射液 ……**932**
N-*t*-ブトキシカルボニル-L-グルタミン酸-*α*-フェニルエステル ……219
ブトロピウム臭化物 ……**933**
ブナゾシン塩酸塩 ……**934**
ブファリン，成分含量測定用 ……219
ブフェキサマク ……**934**
ブフェキサマク，定量用 ……220
ブフェキサマククリーム ……**935**
ブフェキサマク軟膏 ……**935**
ブフェキサマク乳剤性軟膏 ……**935**
ブフェキサマック ……**934**
ブフェキサマッククリーム ……**935**
ブフェキサマック軟膏 ……**935**
ブフェトロール塩酸塩 ……**936**
ブプラノロール塩酸塩 ……**937**
フマル酸，薄層クロマトグラフィー用 ……220
フマル酸クレマスチン ……**474**
フマル酸ケトチフェン ……**509**
フマル酸フォルモテロール ……**1047**
フマル酸ホルモテロール ……**1047**
ブメタニド ……**938**
浮遊培養用培地 ……220
フラジオマイシン硫酸塩 ……**939**
ブラジキニン ……220

プラスチック製医薬品容器 ……1646
プラスチック製医薬品容器試験法 ……110
プラステロン硫酸エステルナトリウム ……940
プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物 ……940
プラステロン硫酸ナトリウム ……940
プラゼパム ……941
プラゼパム，定量用 ……220
プラゼパム錠 ……941
プラノプロフェン ……942
プラバスタチンナトリウム……220,943
フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム ……944
フラボキサート塩酸塩 ……945
プリミドン ……946
ブリリアントグリン ……220
ふるい ……249
フルオキシメステロン ……947
フルオシノニド ……948
フルオシノロンアセトニド……220,949
フルオレセイン ……220
フルオレセインナトリウム……220,950
フルオレセインナトリウム試液 ……220
4–フルオロ安息香酸 ……220
フルオロウラシル ……950
1–フルオロ–2,4–ジニトロベンゼン ……221
フルオロシリル化シリカゲル，
液体クロマトグラフィー用 ……248
フルオロメトロン ……951
フルジアゼパム ……952
フルシトシン ……953
ブルシン ……221
ブルシン二水和物 ……221
フルスルチアミン塩酸塩 ……954
ブルーテトラゾリウム ……220
ブルーテトラゾリウム試液，アルカリ性 ……220
フルニトラゼパム ……955
フルフェナジンエナント酸エステル ……955
フルフラール ……221
フルラゼパム ……956
フルラゼパム，定量用 ……221
フルラゼパム塩酸塩 ……957
フルラゼパムカプセル ……957
プルラナーゼ ……221
プルラナーゼ試液 ……221
プルラン ……958
フルルビプロフェン ……958
ブレオマイシン塩酸塩 ……960
ブレオマイシン硫酸塩 ……962
プレドニゾロン……221,963
プレドニゾロンコハク酸エステル ……965
プレドニゾロン酢酸エステル ……967
プレドニゾロン錠 ……964
プレドニゾン ……221
フロイント完全アジュバント ……221
プロカインアミド塩酸塩 ……969
プロカインアミド塩酸塩錠 ……969
プロカインアミド塩酸塩注射液 ……970
プロカイン塩酸塩 ……968
プロカイン塩酸塩注射液 ……968
プロカテロール塩酸塩 ……970
プロカテロール塩酸塩水和物 ……970
プロカルバジン塩酸塩 ……971
プログルミド ……972
プロクロルペラジンマレイン酸塩 ……972
プロクロルペラジンマレイン酸塩錠 ……973
プロゲステロン……221,974
プロゲステロン注射液 ……974
プロスタグランジン A_1 ……221
プロスタグランジン E_1 ……307
プロスタグランジン E_1 α–シクロデキストリン包接化合物 ……308
プロスタグランジン $F_{2\alpha}$ ……567
フロセミド ……975
フロセミド錠 ……976
プロタミンインシュリン亜鉛水性懸濁注射液 ……977
プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液 ……977
プロタミン硫酸塩 ……977
プロタミン硫酸塩注射液 ……978
プロチオナミド ……978
プロチレリン ……979
プロチレリン酒石酸塩 ……980
プロチレリン酒石酸塩水和物 ……980
ブロッキング剤 ……221
ブロック緩衝液 ……221
V 8 プロテアーゼ……221
V 8 プロテアーゼ酵素試液……221
プロテイン銀 ……980
プロテイン銀液 ……981
1–プロパノール ……221
2–プロパノール ……221
n–プロパノール ……221
プロパノール，イソ ……221
2–プロパノール，液体クロマトグラフィー用 ……221
2–プロパノール，ビタミン A 定量用 ……221
プロパンテリン臭化物 ……981
プロピオン酸 ……221
プロピオン酸エチル ……221
プロピオン酸ジョサマイシン……221,588
プロピオン酸テストステロン……222,744
プロピオン酸テストステロン注射液 ……744
プロピオン酸ベクロメタゾン……222,994
プロピフェナゾン ……336
プロピルアミン，イソ ……222
プロピルエーテル，イソ ……222
プロピルチオウラシル ……982
プロピルチオウラシル，定量用 ……222
プロピルチオウラシル錠 ……982
プロピレングリコール……222,983
プロプラノロール塩酸塩 ……983
プロプラノロール塩酸塩錠 ……984
フロプロピオン……222,985
フロプロピオン，定量用 ……222
フロプロピオンカプセル ……986
プロベネシド……222,986
プロベネシド錠 ……987
ブロマゼパム ……988
ブロムクレゾールグリン ……222

ブロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液 ……222
ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・
　酢酸ナトリウム試液 ……222
ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ……222
ブロムクレゾールグリン・メチルレッド試液 ……222
ブロムクレゾールグリン試液 ……222
ブロムクレゾールパープル ……222
ブロムクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 ……222
ブロムクレゾールパープル・リン酸一水素カリウム・
　クエン酸試液 ……222
ブロムクレゾールパープル試液 ……222
N–ブロムサクシンイミド ……222
N–ブロムサクシンイミド試液 ……222
ブロムチモールブルー ……222
ブロムチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 ……222
ブロムチモールブルー試液 ……222
ブロムフェノールブルー ……222
ブロムフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 ……222
ブロムフェノールブルー試液 ……222
ブロムフェノールブルー試液，希 ……222
ブロムフェノールブルー試液，pH 7.0 ……222
ブロムヘキシン塩酸塩 ……***988***
ブロムワレリル尿素 ……222，***993***
プロメタジン塩酸塩 ……***989***
フロモキセフナトリウム ……***990***
ブロモクリプチンメシル酸塩 ……***992***
ブロモクレゾールグリン ……222
ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 …222
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・
　エタノール試液 ……222
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・
　酢酸ナトリウム試液 ……222
ブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 ……222
ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 ……222
ブロモクレゾールグリン試液 ……222
ブロモクレゾールパープル ……222
ブロモクレゾールパープル・水酸化ナトリウム試液 ……222
ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・
　クエン酸試液 ……222
ブロモクレゾールパープル試液 ……222
N–ブロモスクシンイミド ……222
N–ブロモスクシンイミド試液 ……222
ブロモチモールブルー ……222
ブロモチモールブルー・水酸化ナトリウム試液 ……223
ブロモチモールブルー試液 ……222
ブロモバレリル尿素 ……***993***
ブロモフェノールブルー ……223
ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 ……223
ブロモフェノールブルー試液 ……223
ブロモフェノールブルー試液，希 ……223
ブロモフェノールブルー試液，pH 7.0 ……223
0.05 % ブロモフェノールブルー試液 ……223
L–プロリン ……223
フロログルシノール二水和物 ……223
フロログルシン ……223
フロログルシン二水和物 ……223
分子量測定用低分子量ヘパリン ……223
分子量測定用マーカーたん白質 ……223
分子量マーカー，テセロイキン用 ……223
分析法バリデーション ……1647
粉体の粒子密度測定法 ……64
粉体の流動性 ……1650
分銅 ……249
粉末 X 線回折測定法 ……57
粉末セルロース ……***697***
噴霧用塩化 *p*–ニトロベンゼンジアゾニウム試液 ……223
噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液 ……223
噴霧用 4–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 ……223
噴霧用 *p*–ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 ……223
噴霧用ドラーゲンドルフ試液 ……223
噴霧用 4–ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 ……223
噴霧用 *p*–ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液 ……223
分離ゲル，セルモロイキン用 ……223

へ

ペオニフロリン，薄層クロマトグラフィー用 ……223
ペオノール，成分含量測定用 ……223
ペオノール，薄層クロマトグラフィー用 ……223
ベカナマイシン硫酸塩 ……***993***
ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 ……223
ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸六水和物 ……223
ヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液 ……223
ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム三水和物 ……223
ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 ……223
ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム ……223
0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 ……130
0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 ……131
ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 ……224
ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液，アルカリ性 ……224
ヘキサシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 …248
ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム ……224
ヘキサニトロコバルト（Ⅲ）酸ナトリウム試液 ……224
ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム ……224
ヘキサヒドロキソアンチモン（Ⅴ）酸カリウム試液 ……224
ヘキサミン ……224
ヘキサメチレンテトラミン ……224
ヘキサメチレンテトラミン試液 ……224
ヘキサン ……224
ヘキサン，液体クロマトグラフィー用 ……224
n–ヘキサン，液体クロマトグラフィー用 ……224
ヘキサン，吸収スペクトル用 ……224
n–ヘキサン，吸収スペクトル用 ……224
ヘキサン，生薬純度試験用 ……224
1–ヘキサンスルホン酸ナトリウム ……224
ベクロメタゾンプロピオン酸エステル ……***994***
ベザフィブラート ……***995***
ベザフィブラート，定量用 ……224
ベザフィブラート徐放錠 ……***996***
ヘスペリジン，成分含量測定用 ……224
ヘスペリジン，薄層クロマトグラフィー用 ……225
ベタネコール塩化物 ……***997***
ベタヒスチンメシル酸塩 ……***997***
ベタヒスチンメシル酸塩錠 ……***998***
ベタメサゾン ……***1000***
ベタメタゾン ……***1000***

ベタメタゾン吉草酸エステル ……***1002***
ベタメタゾン吉草酸エステル・
　ゲンタマイシン硫酸塩クリーム ……***1002***
ベタメタゾン吉草酸エステル・
　ゲンタマイシン硫酸塩軟膏 ……***1004***
ベタメタゾンジプロピオン酸エステル ……***1005***
ベタメタゾン錠 ……***1000***
ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム ……***1006***
ペチジン塩酸塩 ……***1007***
ペチジン塩酸塩注射液 ……***1008***
ベニジピン塩酸塩 ……***1008***
ベニジピン塩酸塩錠 ……***1009***
ペニシリン G カリウム……***1022***
ベニバナ ……***1207***
ヘパリンナトリウム ……*225*, ***1011***
ヘパリンナトリウム注射液 ……***1012***
ペプシン，含糖 ……*225*
ヘプタン ……*225*
1–ヘプタンスルホン酸ナトリウム ……*225*
ペプチドマップ法 ……*1652*
ペプトン ……*225*
ペプトン，カゼイン製 ……*225*
ペプトン，ゼラチン製 ……*225*
ペプトン，ダイズ製 ……*225*
ペプトン，肉製 ……*225*
ペプロマイシン硫酸塩 ……***1012***
ヘペス緩衝液，pH 7.5 ……*225*
ベヘン酸メチル ……*225*
ヘマトキシリン ……*225*
ヘマトキシリン試液 ……*225*
ベラドンナエキス ……***1263***
ベラドンナコン ……***1262***
ベラドンナ根 ……***1262***
ベラパミル塩酸塩 ……***1014***
ベラパミル塩酸塩錠 ……***1014***
ヘリウム ……*225*
ペルオキシダーゼ ……*225*
ペルオキシダーゼ測定用基質液 ……*225*
ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗大腸菌由来
　たん白質抗体 Fab′試液 ……*225*
ペルオキシダーゼ標識抗体原液 ……*226*
ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン ……*226*
ペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液 ……*226*
ペルオキソ二硫酸アンモニウム ……*226*
10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液 ……*226*
ペルオキソ二硫酸カリウム ……*226*
ベルゲニン，薄層クロマトグラフィー用 ……*226*
ペルフェナジン ……***1015***
ペルフェナジン錠 ……***1016***
ペルフェナジンマレイン酸塩 ……***1016***
ペルフェナジンマレイン酸塩錠 ……***1017***
ベルベリン塩化物 ……***1018***
ベルベリン塩化物水和物 ……***1018***
ベンザルコニウム塩化物 ……***1019***
ベンザルコニウム塩化物液 ……***1020***
ベンザルフタリド ……*226*
ベンジルアルコール ……*226*, ***1020***
p–ベンジルフェノール ……*226*
ベンジルペニシリンカリウム ……*226*, ***1022***
ベンジルペニシリンベンザチン ……*226*, ***1023***
ベンジルペニシリンベンザチン水和物 ……***1023***
ヘンズ ……***1264***
扁豆 ……***1264***
ベンズアルデヒド ……*226*
ベンズブロマロン ……***1024***
ベンゼトニウム塩化物 ……***1025***
ベンゼトニウム塩化物液 ……***1026***
ベンセラジド塩酸塩 ……***1026***
ベンゼン ……*226*
N–*α*–ベンゾイル–L–アルギニンエチル塩酸塩……*226*
N–*α*–ベンゾイル–L–アルギニンエチル試液……*226*
N–*α*–ベンゾイル–L–アルギニン–4–ニトロアニリド塩酸塩
　……*226*
N–*α*–ベンゾイル–L–アルギニン–4–ニトロアニリド試液 …*226*
N–ベンゾイル–L–イソロイシル–L–グルタミル(*γ*–OR)–
　グリシル–L–アルギニル–*p*–ニトロアニリド塩酸塩 ……*226*
ベンゾイン ……*226*
ベンゾカイン ……***293***
p–ベンゾキノン ……*226*
p–ベンゾキノン試液 ……*227*
ベンゾフェノン ……*227*
ペンタエチレンヘキサミノ化ポリビニルアルコール
　ポリマービーズ，液体クロマトグラフィー用 ……*248*
ペンタシアノアンミン鉄（Ⅱ）酸ナトリウム *n* 水和物 …*227*
ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム・
　ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 ……*227*
ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 ……*227*
ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム二水和物 …*227*
ペンタゾシン ……***1027***
ペンタン ……*227*
1–ペンタンスルホン酸ナトリウム ……*227*
ペントキシベリンクエン酸塩 ……***1027***
ペントナイト ……***1028***
ペントバルビタールカルシウム ……***1029***
ペンブトロール硫酸塩 ……***1030***
変法チオグリコール酸培地 ……*227*

ホ

ボウイ ……***1264***
防已 ……***1264***
崩壊試験第 1 液 ……*227*
崩壊試験第 2 液 ……*227*
崩壊試験法 ……*104*
芳香水剤 ……*15*
ボウコン ……***1264***
茅根 ……***1264***
ホウ酸 ……*227*, ***1030***
0.2 mol/L ホウ酸・0.2 mol/L 塩化カリウム試液，
　緩衝液用 ……*227*
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
　pH 9.0 ……*227*
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
　pH 9.2 ……*227*
ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，
　pH 9.6 ……*227*

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 10.0 ……227
ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液，pH 8.4 ……227
ホウ酸・メタノール緩衝液 ……227
ホウ酸塩・塩酸緩衝液，pH 9.0 ……227
ホウ酸塩 pH 標準液……134
ホウ酸ナトリウム ……227
ホウ酸ナトリウム，pH 測定用 ……227
ホウ砂 ……227, **1031**
抱水クロラール ……227, **1031**
抱水クロラール試液 ……227
抱水ヒドラジン ……227
ホウ素標準液 ……134
ボウフウ ……**1264**
防風 ……**1264**
飽和ヨウ化カリウム試液 ……227
ボグリボース ……**1032**
ボグリボース，定量用 ……227
ボグリボース錠 ……**1033**
ホスゲン紙 ……248
ホスフィン酸 ……227
ホスフェストロール ……**1034**
ホスフェストロール錠 ……**1035**
ホスホマイシンカルシウム ……**1035**
ホスホマイシンカルシウム水和物 ……**1035**
ホスホマイシンナトリウム ……**1036**
保存効力試験法 ……1655
ボタンピ ……**1265**
牡丹皮 ……**1265**
ボタンピ末 ……**1265**
牡丹皮末 ……**1265**
補中益気湯エキス ……**1266**
ポテトエキス ……227
ホノキオール ……227
ポビドン ……**1038**
ポビドンヨード ……**1040**
ホマトロピン臭化水素酸塩 ……**1040**
ホミカ ……**1269**
ホミカエキス ……**1270**
ホミカエキス散 ……**1270**
ホミカチンキ ……**1271**
ホモクロルシクリジン塩酸塩 ……**1041**
ポリアミド，カラムクロマトグラフィー用 ……248
ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用 ……248
ポリアミド，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り） …248
ポリアルキレングリコール，ガスクロマトグラフィー用 …227
ポリアルキレングリコールモノエーテル，ガスクロマトグラフィー用 ……227
ポリエチレングリコールエステル化物，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール 400 ……**1050**
ポリエチレングリコール 400，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール 600，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール 1500 ……**1051**
ポリエチレングリコール 4000 ……**1051**
ポリエチレングリコール 6000 ……**1052**
ポリエチレングリコール 6000，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール 1500，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール 15000–ジエポキシド，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール 20000 ……**1052**
ポリエチレングリコール 20 M，ガスクロマトグラフィー用 ……228
ポリエチレングリコール軟膏 ……**1053**
ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル ……228
ポリオキシエチレン（40）オクチルフェニルエーテル ……228
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60 ……228
ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル ……**1120**
ポリオキシル 40 モノステアリン酸エステル ……**605**
ポリスチレンスルホン酸カルシウム ……**1042**
ポリスチレンスルホン酸ナトリウム ……**1043**
ポリソルベート 20 ……228
ポリソルベート 80 ……228, **1044**
ホリナートカルシウム ……**1045**
ポリビドン ……**1038**
ポリビニルアルコール ……228
ポリビニルアルコール I ……228
ポリビニルアルコール II ……229
ポリビニルアルコール試液 ……229
ポリビニルピロリドン ……**1038**
ポリミキシン B 硫酸塩……**1046**
ホリン酸カルシウム ……**1045**
ホルマリン ……229, **1046**
ホルマリン・硫酸試液 ……229
ホルマリン試液 ……229
ホルマリン水 ……**1047**
2–ホルミル安息香酸 ……229
ホルムアミド ……229
ホルムアミド，水分測定用 ……229
ホルムアルデヒド液 ……229
ホルムアルデヒド液・硫酸試液 ……229
ホルムアルデヒド液試液 ……229
ホルモテロールフマル酸塩 ……**1047**
ホルモテロールフマル酸塩水和物 ……**1047**
ボレイ ……**1271**
牡蛎 ……**1271**
ボレイ末 ……**1272**
牡蛎末 ……**1272**

マ

マイクロプレート ……229
マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 ……229
マイトマイシン C ……**1048**
前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル ……229
前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル ……229
マオウ ……**1272**
麻黄 ……**1272**
マーカーたん白質，セルモロイキン分子量測定用 ……229
マーキュロクロム ……**1049**
マーキュロクロム液 ……**1050**
マグネシア試液 ……229

マグネシウム ……229
マグネシウム粉末 ……229
マグネシウム末 ……229
マグネソン ……229
マグネソン試液 ……230
マグノロール，成分含量測定用 ……230
マクリ ……**1273**
マクロゴール 400 ……**1050**
マクロゴール 600 ……230
マクロゴール 1500 ……**1051**
マクロゴール 4000 ……**1051**
マクロゴール 6000 ……**1052**
マクロゴール 20000 ……**1052**
マクロゴール軟膏 ……**1053**
マシニン ……**1273**
麻子仁 ……**1273**
麻酔用エーテル ……230，**377**
マプロチリン塩酸塩 ……**1053**
マラカイトグリーン ……230
マラカイトグリーンシュウ酸塩 ……230
マルトース ……230，**1054**
マルトース水和物 ……230，**1054**
4-(マレイミドメチル)シクロヘキシルカルボン酸-*N*-ヒドロキシコハク酸イミドエステル ……230
マレイン酸 ……230
マレイン酸エルゴメトリン ……**396**
マレイン酸エルゴメトリン錠 ……**396**
マレイン酸エルゴメトリン注射液 ……**397**
マレイン酸クロルフェニラミン ……230，**493**
d-マレイン酸クロルフェニラミン ……**497**
マレイン酸クロルフェニラミン散 ……**494**
マレイン酸クロルフェニラミン錠 ……**495**
マレイン酸クロルフェニラミン注射液 ……**496**
マレイン酸チモロール ……**729**
マレイン酸トリメブチン ……**793**
マレイン酸プロクロルペラジン ……**972**
マレイン酸プロクロルペラジン錠 ……**973**
マレイン酸ペルフェナジン ……**1016**
マレイン酸ペルフェナジン，定量用 ……230
マレイン酸ペルフェナジン錠 ……**1017**
マレイン酸メチルエルゴメトリン ……**1073**
マレイン酸メチルエルゴメトリン，定量用 ……230
マレイン酸メチルエルゴメトリン錠 ……**1074**
マレイン酸レボメプロマジン ……**1161**
マロン酸ジメチル ……230
D-マンニット ……**1055**
D-マンニット注射液 ……**1056**
D-マンニトール ……230，**1055**
D-マンニトール注射液 ……**1056**
D-マンノース ……230

ミ

ミオグロビン ……230
ミグレニン ……**1056**
ミクロノマイシン硫酸塩 ……**1057**
ミコナゾール ……**1058**
ミコナゾール硝酸塩 ……**1058**
水・メタノール標準液 ……134
ミツロウ ……230，**1059**
ミデカマイシン ……**1060**
ミデカマイシン酢酸エステル ……**1060**
ミノサイクリン塩酸塩 ……**1061**
ミョウバン ……**1145**
ミョウバン水 ……**1062**
ミリスチン酸イソプロピル ……230
ミリスチン酸イソプロピル，無菌試験用 ……230

ム

無アルデヒドエタノール ……230
無菌医薬品製造区域の微生物評価試験法 ……1657
無菌試験法 ……85
無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅰ ……230
無菌試験用チオグリコール酸培地Ⅱ ……230
無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地 ……230
無菌試験用ミリスチン酸イソプロピル ……231
無晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液 ……**351**
無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液 ……**351**
無水アミノベンジルペニシリン ……**316**
無水亜硫酸ナトリウム ……231，**303**
無水アルコール ……**367**
無水アンピシリン ……**316**
無水エタノール ……231，**367**
無水エーテル ……231
無水塩化第二鉄・ピリジン試液 ……231
無水塩化鉄（Ⅲ）・ピリジン試液 ……231
無水カフェイン ……231，**424**
無水クエン酸 ……**457**
無水コハク酸 ……231
無水酢酸 ……231
無水酢酸・ピリジン試液 ……231
無水酢酸ナトリウム ……231
無水ジエチルエーテル ……231
無水第二リン酸カルシウム ……**1149**
無水炭酸カリウム ……231
無水炭酸ナトリウム ……231
無水トリフルオロ酢酸，ガスクロマトグラフィー用 ……231
無水乳糖 ……231，**823**
無水ヒドラジン，アミノ酸分析用 ……231
無水ピリジン ……231
無水フタル酸 ……231
無水メタノール ……231
無水硫酸銅 ……231
無水硫酸ナトリウム ……231
無水リン酸一水素ナトリウム ……231
無水リン酸一水素ナトリウム，pH 測定用 ……231
無水リン酸水素カルシウム ……**1149**
無水リン酸水素二ナトリウム ……231
無水リン酸二水素ナトリウム ……231
無ヒ素亜鉛 ……231
ムピロシンカルシウム水和物 ……**1063**
ムピロシンカルシウム　水和物 ……**1063**
ムレキシド ……231
ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 ……231

メ

メキシレチン塩酸塩 ……**1064**
メキタジン ……**1065**
メグルミン ……*231*, **1065**
メクロフェノキサート塩酸塩 ……**1066**
メコバラミン ……**1067**
メサコニチン，純度試験用 ……*231*
メシル酸ガベキサート ……**426**
メシル酸カモスタット ……**428**
メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン，
　薄層クロマトグラフィー用 ……*232*
メシル酸ジヒドロエルゴタミン ……**568**
メシル酸ジヒドロエルゴトキシン ……**569**
メシル酸デフェロキサミン ……**756**
メシル酸ブロモクリプチン ……**992**
メシル酸ベタヒスチン……*232*, **997**
メシル酸ベタヒスチン，定量用 ……*232*
メシル酸ベタヒスチン錠 ……**998**
メストラノール ……**1068**
メタクレゾールパープル ……*232*
メタクレゾールパープル試液 ……*232*
メタ重亜硫酸ナトリウム……*232*, **903**
メタ重亜硫酸ナトリウム試液 ……*232*
メダゼパム ……**1068**
メタニルイエロー ……*232*
メタニルイエロー試液 ……*232*
メタノール ……*232*
メタノール，液体クロマトグラフィー用 ……*232*
メタノール，水分測定用 ……*232*
メタノール，精製 ……*232*
メタノール，無水 ……*232*
メタノール試験法 ……*29*
メタノール標準液 ……*134*
メタノール不含エタノール ……*232*
メタノール不含エタノール（95） ……*232*
メタリン酸 ……*232*
メタリン酸・酢酸試液 ……*232*
メタンスルホン酸 ……*232*
メタンスルホン酸カリウム ……*232*
メタンスルホン酸試液 ……*232*
メタンスルホン酸試液，0.1 mol/L ……*232*
メタンフェタミン塩酸塩 ……**1069**
メチオニン ……*232*
L-メチオニン ……**1070**
メチクラン ……**1070**
メチラポン ……**1071**
2-メチルアミノピリジン ……*232*
メチルイエロー ……*232*
メチルイエロー試液 ……*232*
メチルイソブチルケトン ……*232*
メチルエチルケトン ……*232*
dl-メチルエフェドリン塩酸塩 ……**1072**
dl-メチルエフェドリン塩酸塩散 10 % ……**1073**
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩 ……**1073**
メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠 ……**1074**
メチルエロー ……*232*
メチルエロー試液 ……*233*
メチルオレンジ ……*233*
メチルオレンジ・キシレンシアノール FF 試液 ……*233*
メチルオレンジ・ホウ酸試液 ……*233*
メチルオレンジ試液 ……*233*
メチルクロルフェニルイソキサゾリル
　ペニシリンナトリウム ……**476**
メチルジクロロフェニルイソキサゾリル
　ペニシリンナトリウム ……**550**
メチルジゴキシン ……**1075**
メチルシリコーンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 …*233*
メチルセルロース ……**1076**
メチルセロソルブ ……*233*
メチルチモールブルー ……*233*
メチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬 ……*233*
メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 ……*233*
メチルテストステロン ……*233*, **1078**
メチルテストステロン錠 ……**1079**
1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオラートナトリウム ……*233*
1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール ……*233*
1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール，
　液体クロマトグラフィー用 ……*233*
メチルドパ ……*233*, **1079**
メチルドパ，定量用 ……*233*
メチルドパ錠 ……**1080**
メチルドパ水和物 ……**1079**
2-メチル-5-ニトロイミダゾール，
　薄層クロマトグラフィー用 ……*233*
N-メチルピロリジン ……*233*
3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン ……*233*
3-メチル-1-ブタノール ……*233*
メチルプレドニゾロン ……*233*, **1081**
メチルプレドニゾロンコハク酸エステル ……**1081**
2-メチル-1-プロパノール ……*233*
メチルベナクチジウム臭化物 ……**1082**
D-(+)-*α*-メチルベンジルアミン ……*233*
4-メチル-2-ペンタノン ……*234*
4-メチルペンタン-2-オール ……*234*
3-*O*-メチルメチルドパ，薄層クロマトグラフィー用 ……*234*
メチル硫酸ネオスチグミン ……**827**
メチル硫酸ネオスチグミン注射液 ……**828**
メチルレッド ……*234*
メチルレッド・メチレンブルー試液 ……*234*
メチルレッド試液 ……*234*
メチルレッド試液，希 ……*234*
メチルレッド試液，酸又はアルカリ試験用 ……*234*
メチルロザニリン塩化物 ……**1083**
N,*N*′-メチレンビスアクリルアミド……*234*
メチレンブルー ……*234*
メチレンブルー・過塩素酸カリウム試液 ……*234*
メチレンブルー・硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 ……*234*
メチレンブルー試液 ……*234*
滅菌精製水……*234*, **595**
滅菌法及び無菌操作法並びに超ろ過法 ……*117*
メテノロンエナント酸エステル ……**1084**
メテノロンエナント酸エステル注射液 ……**1084**
メテノロン酢酸エステル ……**1085**
メトキサレン ……**1085**

2-メトキシエタノール ……234
1-メトキシ-2-プロパノール ……234
4-メトキシベンズアルデヒド ……234
4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 ……234
4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 ……234
メトクロプラミド ……**1086**
メトクロプラミド，定量用 ……234
メトクロプラミド錠 ……**1087**
メトトレキサート ……**1087**
メトプロロール酒石酸塩 ……**1088**
メトプロロール酒石酸塩錠 ……**1089**
メトホルミン塩酸塩 ……**1090**
メトホルミン塩酸塩錠 ……**1090**
メトロニダゾール ……234，**1091**
メトロニダゾール，定量用 ……234
メトロニダゾール錠 ……**1092**
メナテトレノン ……**1092**
メピチオスタン ……**1094**
メピバカイン塩酸塩 ……**1095**
メピバカイン塩酸塩注射液 ……**1095**
メピリゾール ……**383**
メフェナム酸 ……**1096**
メフルシド ……**1097**
メフルシド，定量用 ……235
メフルシド錠 ……**1097**
メフロキン塩酸塩 ……**1098**
メペンゾラート臭化物 ……**1099**
2-メルカプトエタノール ……235
メルカプト酢酸 ……235
メルカプトプリン ……235，**1099**
メルカプトプリン水和物 ……**1099**
メルファラン ……**1100**
メルブロミン ……**1049**
メルブロミン液 ……**1050**
メロペネム　三水和物 ……**1101**
メロペネム水和物 ……**1101**
綿実油 ……235
メントール ……235
dl-メントール ……**1101**
l-メントール ……**1102**
l-メントール，定量用 ……235

モ

モクツウ ……**1273**
木通 ……**1273**
モッコウ ……**1274**
木香 ……**1274**
没食子酸 ……235
没食子酸一水和物 ……235
モノエタノールアミン ……235
モノステアリン酸アルミニウム ……**1102**
モノステアリン酸グリセリン ……**1103**
モヒアト注射液 ……**1105**
モリブデン酸アンモニウム ……235
モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 ……235
モリブデン酸アンモニウム試液 ……235
モリブデン酸ナトリウム ……235
モリブデン（Ⅵ）酸二ナトリウム二水和物 ……235
モルヒネ・アトロピン注射液 ……**1105**
モルヒネ塩酸塩 ……**1103**
モルヒネ塩酸塩錠 ……**1104**
モルヒネ塩酸塩水和物 ……**1103**
モルヒネ塩酸塩注射液 ……**1105**
3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸 ……236
3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸緩衝液，
0.02 mol/L，pH 7.0 ……236
3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸緩衝液，
0.02 mol/L，pH 8.0 ……236
3-(*N*-モルホリノ）プロパンスルホン酸緩衝液，
0.1 mol/L，pH 7.0 ……236

ヤ

ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体 ……236
ヤギ抗大腸菌由来たん白質抗体試液 ……236
焼ミョウバン ……**1144**
ヤクチ ……**1274**
益智 ……**1274**
薬用石ケン ……**1106**
薬用炭 ……**1107**
ヤシ油 ……**1107**
椰子油 ……**1107**

ユ

有機体炭素試験法 ……58
ユウタン ……**1274**
熊胆 ……**1274**
融点測定法 ……59
輸液用ゴム栓試験法 ……115
ユーカリ油 ……**1108**
輸血用クエン酸ナトリウム注射液 ……**459**
油脂試験法 ……29
ユビキノン-9 ……236
ユビデカレノン ……**1108**

ヨ

ヨウ化亜鉛デンプン紙 ……248
ヨウ化亜鉛デンプン試液 ……236
溶解アセチレン ……236
ヨウ化イソプロピル，定量用 ……236
ヨウ化エコチオパート ……**359**
ヨウ化エコチオフェイト ……**359**
ヨウ化エチル ……236
ヨウ化オキサピウム ……**405**
ヨウ化カリウム ……236，**1109**
ヨウ化カリウム，定量用 ……236
ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液 ……236
ヨウ化カリウム試液 ……236
ヨウ化カリウム試液，濃 ……236
ヨウ化カリウム試液，飽和 ……236
ヨウ化カリウムデンプン紙 ……248
ヨウ化カリウムデンプン試液 ……236
ヨウ化水素酸 ……236

ヨウ化ナトリウム ……**1110**
ヨウ化ナトリウム（^{123}I）カプセル ……**1110**
ヨウ化ナトリウム（^{131}I）カプセル ……**1110**
ヨウ化ナトリウム（^{131}I）液 ……**1110**
ヨウ化ビスマスカリウム試液 ……*236*
ヨウ化人血清アルブミン（^{131}I）注射液 ……**1111**
ヨウ化ヒプル酸ナトリウム（^{131}I）注射液 ……**1111**
ヨウ化メチル ……*236*
ヨウ化メチル，定量用 ……*236*
用器 ……*249*
葉酸 ……*236*，**1111**
葉酸錠 ……**1112**
葉酸注射液 ……**1112**
溶出試験第 1 液 ……*236*
溶出試験第 2 液 ……*236*
溶出試験法 ……*105*
溶性デンプン ……*236*
溶性デンプン試液 ……*236*
ヨウ素 ……*237*，**1112**
ヨウ素，定量用 ……*237*
ヨウ素・デンプン試液 ……*237*
0.05 mol/L ヨウ素液 ……*131*
0.01 mol/L ヨウ素液 ……*131*
0.005 mol/L ヨウ素液 ……*131*
0.002 mol/L ヨウ素液 ……*131*
ヨウ素酸カリウム ……*237*
ヨウ素酸カリウム（標準試薬） ……*237*
0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 ……*131*
1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液 ……*131*
1/1200 mol/L ヨウ素酸カリウム液 ……*131*
ヨウ素酸カリウムデンプン紙 ……*248*
ヨウ素試液 ……*237*
ヨウ素試液，0.0002 mol/L ……*237*
ヨウ素試液，0.5 mol/L ……*237*
ヨウ素試液，希 ……*237*
容量分析用標準液 ……*122*
容量分析用硫酸亜鉛 ……*237*
ヨクイニン ……**1274**
薏苡仁 ……**1274**
ヨクイニン末 ……**1275**
薏苡仁末 ……**1275**
ヨーダミド ……**1113**
ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液 ……**1114**
ヨード・サリチル酸・フェノール精 ……**1117**
5-ヨードウラシル，液体クロマトグラフィー用 ……*237*
ヨードエタン ……*237*
ヨードチンキ ……**1114**
ヨードホルム ……**1119**
ヨードメタン ……*237*
ヨードメタン，定量用 ……*237*
四シュウ酸カリウム，pH 測定用 ……*237*
四フッ化エチレンポリマー，ガスクロマトグラフィー用 …*248*
四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液，pH 8.0 ……*237*
四ホウ酸ナトリウム十水和物 ……*237*
四ホウ酸ナトリウム十水和物，pH 測定用 ……*237*

ラ

ライセート試液 ……*237*
ライセート試薬 ……*237*
ライネッケ塩 ……*237*
ライネッケ塩一水和物 ……*237*
ライネッケ塩試液 ……*237*
ラウリル硫酸ナトリウム ……*237*，**1119**
0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 ……*131*
ラウリル硫酸ナトリウム試液 ……*237*
ラウリル硫酸ナトリウム試液，0.2 % ……*237*
ラウロマクロゴール ……*237*，**1120**
酪酸ヒドロコルチゾン ……***883***
酪酸リボフラビン ……**1140**
ラクツロース ……**1120**
α-ラクトアルブミン ……*237*
β-ラクトグロブリン ……*237*
ラクトビオン酸 ……*237*
ラクトビオン酸エリスロマイシン ……***391***
ラタモキセフナトリウム ……**1121**
ラッカセイ油 ……*237*，**1122**
落花生油 ……**1122**
ラナトシド C ……**1123**
ラナトシド C 錠 ……**1123**
ラニチジン塩酸塩 ……**1124**
ラニチジンジアミン ……*238*
ラニーニッケル，触媒用 ……*237*
L-ラムノース一水和物 ……*238*
LAL 試液 ……*238*
LAL 試薬 ……*238*
ランタン-アリザリンコンプレキソン試液 ……*238*

リ

リオチロニンナトリウム ……*238*，**1127**
リオチロニンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用 ……*238*
リオチロニンナトリウム錠 ……**1128**
力価測定用培地，テセロイキン用 ……*238*
リクイリチン，薄層クロマトグラフィー用 ……*238*
(*Z*)-リグスチリド，薄層クロマトグラフィー用 ……*238*
リシノプリル ……*238*，**1129**
リシノプリル，定量用 ……*238*
リシノプリル錠 ……**1130**
リシノプリル水和物 ……**1129**
リジルエンドペプチダーゼ ……*238*
L-リジン塩酸塩 ……**1131**
リゾチーム塩酸塩 ……**1132**
リドカイン ……**1132**
リドカイン，定量用 ……*238*
リドカイン注射液 ……**1133**
リトコール酸，薄層クロマトグラフィー用 ……*238*
リトドリン塩酸塩 ……**1134**
リトドリン塩酸塩錠 ……**1135**
リトマス紙，青色 ……*248*
リトマス紙，赤色 ……*248*
リニメント剤 ……*15*
リファンピシン ……**1136**

リファンピシンカプセル ……**1137**
リボスタマイシン硫酸塩 ……**1138**
リボフラビン ……*238*, **1139**
リボフラビン散 ……**1140**
リボフラビン酪酸エステル ……**1140**
リボフラビンリン酸エステルナトリウム ……**1141**
リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液 ……**1142**
リマプロスト　アルファデクス ……**1143**
リマプロストアルファデクス ……**1143**
リモナーデ剤 ……*15*
リモネン ……*238*
流エキス剤 ……*15*
硫化アンモニウム試液 ……*239*
硫化水素 ……*239*
硫化水素試液 ……*239*
硫化鉄 ……*239*
硫化鉄（Ⅱ） ……*239*
硫化ナトリウム ……*239*
硫化ナトリウム九水和物 ……*239*
硫化ナトリウム試液 ……*239*
リュウコツ ……**1275**
竜骨 ……**1275**
硫酸 ……*239*
0.5 mol/L 硫酸 ……*131*
0.25 mol/L 硫酸 ……*131*
0.1 mol/L 硫酸 ……*132*
0.05 mol/L 硫酸 ……*132*
0.025 mol/L 硫酸 ……*132*
0.01 mol/L 硫酸 ……*132*
0.005 mol/L 硫酸 ……*132*
0.0005 mol/L 硫酸 ……*132*
硫酸，希 ……*239*
硫酸，精製 ……*239*
硫酸，発煙 ……*239*
硫酸，硫酸呈色物用 ……*239*
硫酸・エタノール試液 ……*239*
硫酸・水酸化ナトリウム試液 ……*240*
硫酸・ヘキサン・メタノール試液 ……*240*
硫酸・メタノール試液 ……*240*
硫酸・メタノール試液，0.05 mol/L ……*240*
硫酸・リン酸二水素ナトリウム試液 ……*241*
硫酸亜鉛 ……*239*, **1144**
硫酸亜鉛，容量分析用 ……*239*
0.1 mol/L 硫酸亜鉛液 ……*132*
硫酸亜鉛試液 ……*239*
硫酸亜鉛水和物 ……**1144**
硫酸亜鉛点眼液 ……**1144**
硫酸亜鉛七水和物 ……*239*
硫酸アストロマイシン ……**265**
硫酸アトロピン ……*239*, **278**
硫酸アトロピン，定量用 ……*239*
硫酸アトロピン，薄層クロマトグラフィー用 ……*239*
硫酸アトロピン注射液 ……**279**
硫酸アミカシン ……**288**
硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン ……*239*
硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン試液 ……*239*
硫酸アルベカシン ……**310**
硫酸アルベカシン注射液 ……**311**
硫酸アルミニウムカリウム ……*239*, **1145**
硫酸アルミニウムカリウム水和物 ……**1145**
硫酸アンモニウム ……*239*
硫酸アンモニウム緩衝液 ……*239*
0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）液 ……*132*
0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）液 ……*132*
硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物 ……*239*
0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）液 ……*132*
硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 ……*239*
硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，希 ……*239*
硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液，酸性 ……*239*
硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 ……*239*
硫酸イセパマイシン ……**329**
硫酸塩試験法 ……*31*
硫酸エンビオマイシン ……**402**
硫酸オルシプレナリン ……**418**
硫酸カナマイシン ……*239*, **423**
硫酸カリウム ……*239*, **1145**
硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 ……*239*
硫酸カリウム試液 ……*239*
硫酸キニジン ……*239*, **449**
硫酸キニーネ ……*239*, **452**
硫酸グアネチジン ……**455**
硫酸ゲンタマイシン ……**512**
硫酸コリスチン ……**521**
硫酸サルブタモール ……**537**
硫酸試液 ……*239*
硫酸試液，0.05 mol/L ……*240*
硫酸試液，0.25 mol/L ……*240*
硫酸試液，0.5 mol/L ……*240*
硫酸試液，2 mol/L ……*240*
硫酸シソマイシン ……**562**
硫酸ジベカシン ……*240*, **578**
硫酸水素カリウム ……*240*
硫酸水素テトラブチルアンモニウム ……*240*
硫酸ストレプトマイシン ……**605**
硫酸セフピロム ……**676**
硫酸セリウム（Ⅳ）四水和物 ……*240*
硫酸第一鉄 ……*240*
硫酸第一鉄アンモニウム ……*240*
0.1 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液 ……*132*
0.02 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液 ……*132*
硫酸第一鉄試液 ……*240*
硫酸第二セリウムアンモニウム ……*240*
硫酸第二セリウムアンモニウム・リン酸試液 ……*240*
0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液 ……*132*
0.01 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液 ……*132*
硫酸第二セリウムアンモニウム試液 ……*240*
硫酸第二鉄 ……*240*
硫酸第二鉄アンモニウム ……*240*
0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液 ……*132*
硫酸第二鉄アンモニウム試液 ……*240*
硫酸第二鉄アンモニウム試液，希 ……*240*
硫酸第二鉄試液 ……*240*
硫酸呈色物試験法 ……*31*
硫酸呈色物用硫酸 ……*240*
硫酸鉄 ……**1146**
硫酸鉄（Ⅱ）試液 ……*240*

硫酸鉄（Ⅱ）七水和物 ……240
硫酸鉄（Ⅲ）*n* 水和物 ……240
硫酸鉄（Ⅲ）試液 ……240
硫酸鉄水和物 ……**1146**
硫酸テルブタリン ……**758**
硫酸銅 ……240
硫酸銅，無水 ……240
硫酸銅・ピリジン試液 ……240
硫酸銅試液 ……240
硫酸銅試液，アルカリ性 ……240
硫酸銅（Ⅱ） ……240
硫酸銅（Ⅱ）・ピリジン試液 ……240
硫酸銅（Ⅱ）五水和物 ……240
硫酸銅（Ⅱ）試液 ……240
硫酸銅（Ⅱ）試液，アルカリ性 ……240
硫酸銅の色の比較原液 ……135
硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 ……135
硫酸ナトリウム ……240
硫酸ナトリウム，無水 ……240
硫酸ナトリウム十水和物 ……240
硫酸ニッケルアンモニウム ……240
硫酸ニッケル（Ⅱ）アンモニウム六水和物 ……240
硫酸ネオマイシン ……**939**
硫酸ネチルマイシン ……**829**
硫酸バメタン ……240，**846**
硫酸バリウム ……**1146**
硫酸ヒドラジニウム ……240
硫酸ヒドラジニウム試液 ……240
硫酸ヒドラジン ……240
硫酸ビンクリスチン ……240，**907**
硫酸ビンブラスチン ……240，**908**
硫酸フラジオマイシン ……**939**
硫酸ブレオマイシン ……**962**
硫酸プロタミン ……**977**
硫酸プロタミン注射液 ……**978**
硫酸ベカナマイシン ……240，**993**
硫酸ベタニジン，定量用 ……240
硫酸ペプロマイシン ……**1012**
硫酸ペンブトロール ……**1030**
硫酸ポリミキシン B ……**1046**
硫酸マグネシウム ……240，**1147**
硫酸マグネシウム試液 ……240
硫酸マグネシウム水 ……**1147**
硫酸マグネシウム水和物 ……**1147**
硫酸マグネシウム注射液 ……**1147**
硫酸マグネシウム七水和物 ……240
硫酸ミクロノマイシン ……**1057**
硫酸 4-メチルアミノフェノール ……240
硫酸 *p*-メチルアミノフェノール ……240
硫酸 4-メチルアミノフェノール試液 ……241
硫酸 *p*-メチルアミノフェノール試液 ……241
硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）・リン酸試液 ……241
0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液 ……132
0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液 ……133
硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 ……241
硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）二水和物 ……241
硫酸リチウム ……241
硫酸リチウム一水和物 ……241
硫酸リボスタマイシン ……**1138**
粒子密度測定用校正球 ……249
リュウタン ……**1275**
竜胆 ……**1275**
リュウタン末 ……**1276**
竜胆末 ……**1276**
流動パラフィン ……241，**851**
粒度測定法 ……64
リョウキョウ ……**1276**
良姜 ……**1276**
苓桂朮甘湯エキス ……**1276**
両性担体液，pH 3 ～ 10 用 ……241
両性担体液，pH 6 ～ 9 用 ……241
両性担体液，pH 8 ～ 10.5 用 ……241
リンゲル液 ……**1148**
リンコフィリン，成分含量測定用 ……241
リンコマイシン塩酸塩 ……**1148**
リンコマイシン塩酸塩水和物 ……**1148**
リン酸 ……241
リン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液，pH 2.0 ……243
リン酸・硫酸ナトリウム緩衝液，pH 2.3 ……244
リン酸一水素カリウム ……241
リン酸一水素カリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.3 ……241
リン酸一水素カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 ……241
リン酸一水素ナトリウム ……241
リン酸一水素ナトリウム，無水 ……241
リン酸一水素ナトリウム，無水，pH 測定用 ……241
リン酸一水素ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH 5.4 ……241
リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 4.5 ……241
リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.0 ……241
リン酸一水素ナトリウム試液 ……241
リン酸一水素ナトリウム試液，0.05 mol/L ……241
リン酸一水素ナトリウム試液，0.5 mol/L ……241
リン酸塩緩衝液，0.01 mol/L，pH 6.8 ……241
リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 3.0 ……241
リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 3.5 ……241
リン酸塩緩衝液，0.02 mol/L，pH 8.0 ……241
リン酸塩緩衝液，0.03 mol/L，pH 7.5 ……242
リン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 3.5 ……242
リン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 6.0 ……242
リン酸塩緩衝液，0.05 mol/L，pH 7.0 ……242
リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 4.5 ……242
リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 5.3 ……242
リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 6.8 ……242
リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 7.0 ……242
リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0 ……242
リン酸塩緩衝液，0.1 mol/L，pH 8.0，抗生物質用 ……242
リン酸塩緩衝液，0.2 mol/L，pH 10.5 ……242
リン酸塩緩衝液，1/15 mol/L，pH 5.6 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 3.0 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 3.1 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 5.9 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 6.0 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 6.2 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 6.5 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 6.5，抗生物質用 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 6.8 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 7.0 ……242

リン酸塩緩衝液，pH 7.2 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 7.4 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 8.0 ……242
リン酸塩緩衝液，pH 12 ……242
リン酸塩緩衝液，サイコ成分含量測定用 ……242
リン酸塩緩衝液，パンクレアチン用 ……242
リン酸塩緩衝液，ブシ用 ……242
リン酸塩緩衝液，マイクロプレート洗浄用 ……242
リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液，
0.01 mol/L，pH 7.4 ……243
リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 ……243
リン酸塩試液 ……243
リン酸塩 pH 標準液……134
リン酸クリンダマイシン ……470
リン酸コデイン ……515
リン酸コデイン，定量用 ……243
リン酸コデイン散 1 % ……516
リン酸コデイン散 10 % ……517
リン酸コデイン錠 ……517
リン酸三ナトリウム十二水和物 ……243
リン酸ジエチルスチルベストロール ……1034
リン酸ジエチルスチルベストロール錠 ……1035
リン酸ジヒドロコデイン ……570
リン酸ジヒドロコデイン，定量用 ……243
リン酸ジヒドロコデイン散 1 % ……571
リン酸ジヒドロコデイン散 10 % ……572
リン酸ジメモルファン ……579
リン酸水素アンモニウムナトリウム ……243
リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 ……243
リン酸水素カルシウム ……1150
リン酸水素カルシウム水和物 ……1150
リン酸水素ナトリウム ……1150
リン酸水素ナトリウム水和物 ……1150
リン酸水素二アンモニウム ……243
リン酸水素二カリウム ……243
リン酸水素二カリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.3 ……243
リン酸水素二カリウム試液，1 mol/L，緩衝液用 ……243
リン酸水素二ナトリウム，pH 測定用 ……243
リン酸水素二ナトリウム，無水 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH 3.0 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液，pH 5.4 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，
0.05 mol/L，pH 6.0 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 3.0 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 4.5 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 5.4 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.0 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 7.2 ……243
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，
ペニシリウム由来 β-ガラクトシダーゼ用，pH 4.5 …243
リン酸水素二ナトリウム試液 ……243
リン酸水素二ナトリウム試液，0.05 mol/L ……243
リン酸水素二ナトリウム試液，0.5 mol/L ……243
リン酸水素二ナトリウム十二水和物 ……243
リン酸テトラブチルアンモニウム ……243
リン酸トリクロルエチルナトリウム ……781
リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ ……782
リン酸ナトリウム ……243，1150
リン酸ナトリウム緩衝液，0.1 mol/L，pH 7.0 ……243
リン酸ナトリウム試液 ……243
リン酸二水素アンモニウム ……243
リン酸二水素アンモニウム試液，0.02 mol/L ……243
リン酸二水素カリウム ……243
リン酸二水素カリウム，pH 測定用 ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.1 mol/L，pH 2.0 ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.25 mol/L，pH 3.5 ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.33 mol/L ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.02 mol/L ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.05 mol/L ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.05 mol/L，pH 3.0 ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.05 mol/L，pH 4.7 ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.1 mol/L ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.2 mol/L ……244
リン酸二水素カリウム試液，0.2 mol/L，緩衝液用 ……244
リン酸二水素カルシウム ……1151
リン酸二水素カルシウム水和物 ……1151
リン酸二水素ナトリウム ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，pH 2.5 ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L，pH 2.6 ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，0.05 mol/L，pH 3.0 ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，0.1 mol/L ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，0.1 mol/L，pH 3.0 ……244
リン酸二水素ナトリウム試液，2 mol/L ……244
リン酸二水素ナトリウム二水和物 ……244
リン酸二水素ナトリウム，無水 ……244
リン酸ヒドロコデイン ……570
リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム ……884
リン酸ピペラジン ……892
リン酸ピペラジン錠 ……893
リン酸標準液 ……134
リン酸ベタメタゾンナトリウム ……1006
リン酸リボフラビン ……1141
リン酸リボフラビン注射液 ……1142
リン酸リボフラビンナトリウム ……244，1141
リン酸リボフラビンナトリウム注射液 ……1142
リンタングステン酸 ……244
リンタングステン酸 *n* 水和物 ……244
リンタングステン酸試液 ……244
リンモリブデン酸 ……244
リンモリブデン酸 *n* 水和物 ……244

ル

ルテオリン，薄層クロマトグラフィー用 ……244

レ

レイン，薄層クロマトグラフィー用 ……244
レーザー回折法による粉体粒度測定 ……1661
レザズリン ……244
レジブフォゲニン，成分含量測定用 ……245
レジブフォゲニン，薄層クロマトグラフィー用 ……245
レセルピン ……1152
レセルピン散 ……1153
レセルピン散 0.1 % ……1153

レセルピン錠 ……**1153**
レセルピン注射液 ……**1154**
レソルシノール ……*245*
レソルシノール・硫酸試液 ……*245*
レソルシノール試液 ……*245*
レゾルシン ……*245*
レゾルシン試液 ……*245*
レゾルシン硫酸試液 ……*245*
レチノール酢酸エステル ……**1154**
レチノールパルミチン酸エステル ……**1155**
レナンピシリン塩酸塩 ……**1156**
レバロルファン酒石酸塩 ……**1157**
レバロルファン酒石酸塩注射液 ……**1158**
レボチロキシンナトリウム ……*245*, **1158**
レボチロキシンナトリウム，薄層クロマトグラフィー用 …*245*
レボチロキシンナトリウム錠 ……**1159**
レボチロキシンナトリウム水和物 ……**1158**
レボドパ ……**1160**
レボメプロマジンマレイン酸塩 ……**1161**
レンギョウ ……**1278**
連翹 ……**1278**
レンニク ……**1278**
蓮肉 ……**1278**

ロ

ロイコボリンカルシウム ……**1045**
ロイコマイシン ……**446**
ロイコマイシン酢酸エステル ……**447**
ロイコマイシン酒石酸塩 ……**448**
L-ロイシン ……*245*, **1162**
ロカイ ……**1175**
ロカイ末 ……**1176**
ロガニン，薄層クロマトグラフィー用 ……*245*
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩 ……**1162**
ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル ……**1163**
ロキシスロマイシン ……**1165**
ロキソプロフェンナトリウム ……**1166**
ロキソプロフェンナトリウム水和物 ……**1166**
ロキタマイシン ……**1167**
ろ紙 ……*248*
ろ紙，定量分析用 ……*248*
ろ紙，ろ過フィルター，試験紙，るつぼ等 ……*248*
ローション剤 ……*15*
ロジン ……**1278**
ローズベンガル ……*245*
ローズベンガル試液 ……*245*
ロック・リンゲル試液 ……*245*
ロートエキス ……**1279**
ロートエキス・アネスタミン散 ……**1281**
ロートエキス・カーボン散 ……**1282**
ロートエキス・タンニン坐剤 ……**1282**
ロートエキス・パパベリン・アネスタミン散 ……**1282**
ロートエキス散 ……**1280**
ロートコン ……**1278**
ロラゼパム ……**1168**

ワ

ワイル病秋やみ混合ワクチン ……**1169**
ワセリン ……*245*
ワルファリンカリウム ……**1170**
ワルファリンカリウム，定量用 ……*245*
ワルファリンカリウム錠 ……**1171**

INDEX

A

Absorptive Ointment ····· 806
Acacia ····· 1174
Acebutolol Hydrochloride ····· 275
Aceglutamide Aluminum ····· 270
Acetaminophen ····· 273
Acetazolamide ····· 271
Acetic Acid ····· 527
Acetohexamide ····· 273
Acetylcholine Chloride for Injection ····· 272
Acetylkitasamycin ····· 447
Acetylspiramycin ····· 606
Achyranthes Root ····· 1211
Aclarubicin Hydrochloride ····· 254
Acrinol Hydrate ····· 255
and Zinc Oxide Oil ····· 256
and Zinc Oxide Ointment ····· 256
Actinomycin D ····· 253
Adrenaline ····· 276
Injection ····· 277
Solution ····· 277
Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use ····· 576
Diphtheria–Purified Pertussis–Tetanus Combined Vaccine ····· 897
Diphtheria–Tetanus Combined Toxoid ····· 577
Habu–venom Toxoid ····· 846
Hepatitis B Vaccine ····· 866
Purified Pertussis Vaccine ····· 897
Tetanus Toxoid ····· 842
Aerosols ····· 9
Afloqualone ····· 280
Agar ····· 1199
Ajmaline ····· 261
Tablets ····· 261
Akebia Stem ····· 1273
Alacepril ····· 300
Tablets ····· 301
Albumin Tannate ····· 710
Aldioxa ····· 305
Alimemazine Tartrate ····· 302
Alisma Rhizome ····· 1239
Allopurinol ····· 312
Aloe ····· 1175
Alpinia Officinarum Rhizome ····· 1276
Alprazolam ····· 306
Alprenolol Hydrochloride ····· 307
Alprostadil ····· 307
Alfadex ····· 308
Alum Solution ····· 1062
Aluminum Monostearate ····· 1102
Potassium Sulfate Hydrate ····· 1145
Amantadine Hydrochloride ····· 287
Ambenonium Chloride ····· 320
Amidotrizoic Acid ····· 289
Amikacin Sulfate ····· 288
Aminophylline Hydrate ····· 293
Injection ····· 294
Amitriptyline Hydrochloride ····· 292
Hydrochloride Tablets ····· 292
Ammonia Water ····· 320
Amobarbital ····· 298
Sodium for Injection ····· 299
Amomum Seed ····· 1226
Amorphous Insulin Zinc Injection (Aqueous Suspension) ····· 351
Amoxapine ····· 297
Amoxicillin Hydrate ····· 297
Amphotericin B ····· 295
B for Injection ····· 296
B Syrup ····· 296
B Tablets ····· 296
Ampicillin Hydrate ····· 317
Sodium ····· 319
Amyl Nitrite ····· 262
Anemarrhena Rhizome ····· 1240
Anesthetic Ether ····· 377
Angelica Dahurica Root ····· 1257
Anhydrous Ampicillin ····· 316
Caffeine ····· 424
Citric Acid ····· 457
Dibasic Calcium Phosphate ····· 1149
Ethanol ····· 367
Lactose ····· 823
Antipyrine ····· 316
Apricot Kernel ····· 1202
Kernel Water ····· 1203
Arbekacin Sulfate ····· 310
Sulfate Injection ····· 311
Areca ····· 1259
L–Arginine ····· 303
Hydrochloride ····· 304
Hydrochloride Injection ····· 305
Aromatic Castor Oil ····· 895
Waters ····· 15
Arotinolol Hydrochloride ····· 311
Arsenic Trioxide ····· 541
Arsenical Paste ····· 280
Artemisia Capillaris Flower ····· 1178
Ascorbic Acid ····· 262
Acid Injection ····· 263
Acid Powder ····· 263
Asiasarum Root ····· 1214

Asparagus Tuber ····· 1243
L-Aspartic Acid ····· 266
Aspirin ····· 267
Aluminum ····· 268
Tablets ····· 268
Aspoxicillin Hydrate ····· 269
Astragalus Root ····· 1182
Astromicin Sulfate ····· 265
Atenolol ····· 276
Atractylodes Lancea Rhizome ····· 1234
Rhizome ····· 1258
Atropine Sulfate Hydrate ····· 278
Sulfate Injection ····· 279
Azathioprine ····· 257
Tablets ····· 258
Azithromycin Hydrate ····· 260
Aztreonam ····· 264

B

Bacampicillin Hydrochloride ····· 836
Bacitracin ····· 841
Baclofen ····· 839
Tablets ····· 840
Bamethan Sulfate ····· 846
Barbital ····· 856
Barium Sulfate ····· 1146
Bear Bile ····· 1274
Bearberry Leaf ····· 1180
Beclometasone Dipropionate ····· 994
Beef Tallow ····· 452
Bekanamycin Sulfate ····· 993
Belladonna Extract ····· 1263
Root ····· 1262
Benidipine Hydrochloride ····· 1008
Hydrochloride Tablets ····· 1009
Benincasa Seed ····· 1244
Benserazide Hydrochloride ····· 1026
Bentonite ····· 1028
Benzalkonium Chloride ····· 1019
Chloride Concentrated Solution 50 ····· 1019
Chloride Solution ····· 1020
Benzbromarone ····· 1024
Benzethonium Chloride ····· 1025
Chloride Solution ····· 1026
Benzoic Acid ····· 313
Benzoin ····· 1177
Benzyl Alcohol ····· 1020
Benzoate ····· 315
Benzylpenicillin Benzathine Hydrate ····· 1023
Potassium ····· 1022
Berberine Chloride Hydrate ····· 1018
Tannate ····· 711
Betahistine Mesilate ····· 997
Mesilate Tablets ····· 998
Betamethasone ····· 1000
Dipropionate ····· 1005
Sodium Phosphate ····· 1006
Tablets ····· 1000
Valerate ····· 1002
Valerate and Gentamicin Sulfate Cream ····· 1002
Valerate and Gentamicin Sulfate Ointment ····· 1004
Bethanechol Chloride ····· 997
Bezafibrate ····· 995
Sustained Release Tablets ····· 996
Bifonazole ····· 894
Biperiden Hydrochloride ····· 893
Bisacodyl ····· 867
Suppositories ····· 868
Bismuth Subgallate ····· 582
Subnitrate ····· 558
Bitter Cardamon ····· 1274
Orange Peel ····· 1248
Tincture ····· 1204
Bleomycin Hydrochloride ····· 960
Sulfate ····· 962
Boric Acid ····· 1030
Bromazepam ····· 988
Bromhexine Hydrochloride ····· 988
Bromocriptine Mesilate ····· 992
Bromovalerylurea ····· 993
Bucillamine ····· 928
Bucumolol Hydrochloride ····· 926
Bufetolol Hydrochloride ····· 936
Bufexamac ····· 934
Cream ····· 935
Ointment ····· 935
Bumetanide ····· 938
Bunazosin Hydrochloride ····· 934
Bupleurum Root ····· 1213
Bupranolol Hydrochloride ····· 937
Burdock Fruit ····· 1212
Busulfan ····· 928
Butropium Bromide ····· 933
Butyl Parahydroxybenzoate ····· 849

C

Cacao Butter ····· 420
Caffeine Hydrate ····· 425
and Sodium Benzoate ····· 314
Calcium Chloride Hydrate ····· 399
Chloride Injection ····· 399
Folinate ····· 1045
Gluconate Hydrate ····· 471
Hydroxide ····· 598
Lactate Hydrate ····· 823
Oxide ····· 538
Pantothenate ····· 866
Para-aminosalicylate Granules ····· 848
Para-aminosalicylate Hydrate ····· 847
Polystyrene Sulfonate ····· 1042
Stearate ····· 603
Calumba ····· 1212
Camellia Oil ····· 731
Camostat Mesilate ····· 428

d-Camphor ····· 442
dl-Camphor ····· 443
Capsicum ····· 1244
and Salicylic Acid Spirit ····· 1246
Tincture ····· 1246
Capsules ····· 10, 425
Captopril ····· 426
Carbamazepine ····· 435
Carbazochrome Sodium Sulfonate Hydrate ····· 434
Carbidopa Hydrate ····· 435
L-Carbocisteine ····· 436
Carbon Dioxide ····· 812
Cardamon ····· 1227
Carmellose ····· 437
Calcium ····· 438
Sodium ····· 438
Carmofur ····· 441
Carnauba Wax ····· 433
Carteolol Hydrochloride ····· 433
Carumonam Sodium ····· 439
Cassia Seed ····· 1205
Castor Oil ····· 894
Catalpa Fruit ····· 1201
Cataplasms ····· 14
Cefaclor ····· 629
Capsules ····· 630
Compound Granules ····· 631
Fine Granules ····· 633
Cefadroxil ····· 637
Cefalexin ····· 639
Cefalotin Sodium ····· 640
Cefapirin Sodium ····· 638
Cefatrizine Propylene Glycolate ····· 636
Cefazolin Sodium ····· 634
Sodium Hydrate ····· 635
Cefbuperazone Sodium ····· 677
Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate ····· 656
Pivoxil Hydrochloride Fine Granules ····· 658
Pivoxil Hydrochloride Tablets ····· 658
Cefdinir ····· 662
Capsules ····· 663
Fine Granules ····· 664
Cefditoren Pivoxil ····· 659
Pivoxil Fine Granules ····· 660
Pivoxil Tablets ····· 661
Cefepime Dihydrochloride Hydrate ····· 643
Dihydrochloride for Injection ····· 644
Cefixime ····· 642
Cefmenoxime Hydrochloride ····· 681
Cefmetazole Sodium ····· 680
Cefminox Sodium Hydrate ····· 679
Cefodizime Sodium ····· 645
Cefoperazone Sodium ····· 655
Cefotaxime Sodium ····· 648
Cefotetan ····· 653
Cefotiam Hexetil Hydrochloride ····· 651
Hydrochloride ····· 649
Hydrochloride for Injection ····· 650
Cefozopran Hydrochloride ····· 647
Hydrochloride for Injection ····· 648
Cefpiramide Sodium ····· 674
Cefpirome Sulfate ····· 676
Cefpodoxime Proxetil ····· 678
Cefroxadine Hydrate ····· 683
Cefsulodin Sodium ····· 665
Ceftazidime Hydrate ····· 666
Cefteram Pivoxil ····· 670
Pivoxil Fine Granules ····· 671
Ceftibuten Hydrate ····· 669
Ceftizoxime Sodium ····· 668
Ceftriaxone Sodium Hydrate ····· 672
Cefuroxime Axetil ····· 684
Sodium ····· 686
Cellulose, methyl ether ····· 1076
Cellulose Acetate Phthalate ····· 687
Celmoleukin (Genetical Recombination) ····· 691
Cetanol ····· 627
Cetraxate Hydrochloride ····· 627
Chenodeoxycholic Acid ····· 511
Chloral Hydrate ····· 1031
Chloramphenicol ····· 488
Palmitate ····· 490
Sodium Succinate ····· 489
Chlordiazepoxide ····· 491
Powder ····· 492
Tablets ····· 492
Chlorhexidine Gluconate Solution ····· 503
Hydrochloride ····· 503
Chlorinated Lime ····· 530
Chlormadinone Acetate ····· 504
Chlorobutanol ····· 505
Chlorphenesin Carbamate ····· 498
Chlorpheniramine and Calcium Powder ····· 496
Maleate ····· 493
Maleate Injection ····· 496
Maleate Powder ····· 494
Maleate Tablets ····· 495
d-Chlorpheniramine Maleate ····· 497
Chlorpromazine Hydrochloride ····· 501
Hydrochloride Injection ····· 502
Hydrochloride Tablets ····· 501
Chlorpropamide ····· 499
Tablets ····· 500
Cholecalciferol ····· 525
Cholera Vaccine ····· 526
Cholesterol ····· 526
Chrysanthemum Flower ····· 1201
Ciclacillin ····· 549
Ciclosporin ····· 550
Cilastatin Sodium ····· 589
Cilostazol ····· 593
Tablets ····· 594
Cimetidine ····· 578
Cimicifuga Rhizome ····· 1227
Cinnamon Bark ····· 1204
Oil ····· 1205

Cisplatin ····· 560
Citric Acid Hydrate ····· 457
Citrus Unshiu Peel ····· 1243
Clarithromycin ····· 461
Tablets ····· 462
Clemastine Fumarate ····· 474
Clematis Root ····· 1177
Clindamycin Hydrochloride ····· 469
Hydrochloride Capsules ····· 469
Phosphate ····· 470
Clinofibrate ····· 467
Clocapramine Hydrochloride Hydrate ····· 475
Clofedanol Hydrochloride ····· 484
Clofibrate ····· 483
Capsules ····· 483
Clomifene Citrate ····· 486
Citrate Tablets ····· 486
Clomipramine Hydrochloride ····· 487
Clonazepam ····· 481
Clonidine Hydrochloride ····· 482
Cloperastine Hydrochloride ····· 485
Clotiazepam ····· 480
Clotrimazole ····· 480
Clove ····· 1241
Oil ····· 1241
Cloxacillin Sodium Hydrate ····· 476
Cloxazolam ····· 477
Cnidium Monnieri Fruit ····· 1225
Rhizome ····· 1229
Cocaine Hydrochloride ····· 515
Coconut Oil ····· 1107
Cod Liver Oil ····· 443
Codeine Phosphate Hydrate ····· 515
Phosphate Powder, 1% ····· 516
Phosphate Powder, 10% ····· 517
Phosphate Tablets ····· 517
Coix Seed ····· 1274
Colchicine ····· 524
Colistin Sodium Methanesulfonate ····· 522
Sulfate ····· 521
Compound Acrinol and Zinc Oxide Oil ····· 257
Diastase and Sodium Bicarbonate Powder ····· 543
Iodine Glycerin ····· 1116
Methyl Salicylate Spirit ····· 535
Oxycodone and Atropine Injection ····· 408
Oxycodone Injection ····· 407
Phellodendron Powder for Cataplasm ····· 1186
Rhubarb and Senna Powder ····· 1238
Salicylic Acid Spirit ····· 532
Scopolia Extract and Diastase Powder ····· 1282
Thianthol and Salicylic Acid Solution ····· 719
Vitamin B Powder ····· 869
Concentrated Glycerin ····· 466
Condurango ····· 1213
Fluidextract ····· 1213
Coptis Rhizome ····· 1187
Corn Oil ····· 760
Starch ····· 760
Cornus Fruit ····· 1219
Cortisone Acetate ····· 522
Corydalis Tuber ····· 1182
Creosote ····· 473
Cresol ····· 473
Solution ····· 473
Croconazole Hydrochloride ····· 478
Croscarmellose Sodium ····· 478
Crude Glycyrrhiza Extract ····· 1199
Crystalline Insulin Zinc Injection (Aqueous Suspension) ····· 350
Cyanamide ····· 544
Cyanocobalamin ····· 545
Injection ····· 545
Cyclopentolate Hydrochloride ····· 554
Cyclophosphamide Hydrate ····· 554
Cycloserine ····· 526
Cyperus Rhizome ····· 1209
Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate ····· 577
Cytarabine ····· 563

D

Daiokanzoto Extract ····· 1238
Dantrolene Sodium Hydrate ····· 709
Daunorubicin Hydrochloride ····· 700
Deferoxamine Mesilate ····· 756
Dehydrocholic Acid ····· 754
Acid Injection ····· 755
Demethylchlortetracycline Hydrochloride ····· 757
Dental Antiformin ····· 316
Iodine Glycerin ····· 1115
Paraformaldehyde Paste ····· 853
Phenol with Camphor ····· 924
Triozinc Paste ····· 781
Deslanoside ····· 745
Injection ····· 746
Dexamethasone ····· 737
Dextran 40 ····· 738
40 Injection ····· 739
70 ····· 739
Sulfate Sodium Sulfur 5 ····· 740
Sulfate Sodium Sulfur 18 ····· 741
Dextrin ····· 741
Dextromethorphan Hydrobromide Hydrate ····· 742
Diagnostic Sodium Citrate Solution ····· 459
Diastase ····· 543
and Sodium Bicarbonate Powder ····· 543
Diazepam ····· 543
Dibasic Calcium Phosphate Hydrate ····· 1150
Sodium Phosphate Hydrate ····· 1150
Dibekacin Sulfate ····· 578
Dibucaine Hydrochloride ····· 576
Diclofenac Sodium ····· 551
Diclofenamide ····· 552
Tablets ····· 553
Dicloxacillin Sodium Hydrate ····· 550
Diethylcarbamazine Citrate ····· 546

Citrate Tablets …… 546
Difenidol Hydrochloride …… 573
Digenea …… 1273
Digitoxin …… 547
Tablets …… 548
Digoxin …… 555
Injection …… 557
Tablets …… 556
Dihydrocodeine Phosphate …… 570
Phosphate Powder, 1% …… 571
Phosphate Powder, 10% …… 572
Dihydroergotamine Mesilate …… 568
Dihydroergotoxine Mesilate …… 569
Dilazep Hydrochloride Hydrate …… 591
Diltiazem Hydrochloride …… 591
Dilute Hydrochloric Acid …… 401
Iodine Tincture …… 1115
Diluted Opium Powder …… 282
Dimemorfan Phosphate …… 579
Dimenhydrinate …… 580
Tablets …… 581
Dimercaprol …… 580
Injection …… 580
Dimorpholamine …… 582
Injection …… 583
Dinoprost …… 567
Dioscorea Rhizome …… 1221
Diphenhydramine …… 574
and Bromovalerylurea Powder …… 575
Hydrochloride …… 574
Tannate …… 710
, Phenol and Zinc Oxide Liniment …… 575
Diphtheria Toxoid …… 576
Diphtheria–Tetanus Combined Toxoid …… 577
Dipyridamole …… 572
Disodium Edetate Hydrate …… 376
Disopyramide …… 561
Distigmine Bromide …… 559
Bromide Tablets …… 559
Disulfiram …… 560
Dobutamine Hydrochloride …… 772
Dolichos Seed …… 1264
Dopamine Hydrochloride …… 771
Hydrochloride Injection …… 771
Doxapram Hydrochloride Hydrate …… 761
Doxifluridine …… 763
Capsules …… 764
Doxorubicin Hydrochloride …… 765
Doxycycline Hydrochloride Hydrate …… 761
Dried Aluminum Hydroxide Gel …… 597
Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules …… 597
Aluminum Potassium Sulfate …… 1144
Sodium Carbonate …… 705
Sodium Sulfite …… 303
Thyroid …… 513
Yeast …… 514
Droperidol …… 799
Dydrogesterone …… 564
Tablets …… 565

E

Ecothiopate Iodide …… 359
Edrophonium Chloride …… 381
Chloride Injection …… 382
Elcatonin …… 391
Eleutherococcus Senticosus Rhizome …… 1222
Elixirs …… 10
Enflurane …… 403
Enoxacin Hydrate …… 382
Enviomycin Sulfate …… 402
Eperisone Hydrochloride …… 387
Ephedra Herb …… 1272
Ephedrine Hydrochloride …… 385
Hydrochloride Injection …… 387
Hydrochloride Powder, 10% …… 386
Hydrochloride Tablets …… 386
Epimedium Herb …… 1178
Epirizole …… 383
Epirubicin Hydrochloride …… 384
Ergocalciferol …… 394
Ergometrine Maleate …… 396
Maleate Injection …… 397
Maleate Tablets …… 396
Ergotamine Tartrate …… 395
Erythromycin …… 388
Ethylsuccinate …… 389
Lactobionate …… 391
Stearate …… 390
Estazolam …… 360
Estradiol Benzoate …… 361
Benzoate Injection …… 362
Benzoate Injection (Aqueous Suspension) …… 362
Estriol …… 363
Injection (Aqueous Suspension) …… 364
Tablets …… 363
Etacrynic Acid …… 365
Acid Tablets …… 365
Ethambutol Hydrochloride …… 368
Ethanol …… 366
for Disinfection …… 368
Ethenzamide …… 378
Ether …… 377
Ethinylestradiol …… 372
Tablets …… 372
Ethionamide …… 369
Ethosuximide …… 379
Ethyl Aminobenzoate …… 293
L-Cysteine Hydrochloride …… 373
Icosapentate …… 327
Parahydroxybenzoate …… 848
Ethylenediamine …… 376
Ethylmorphine Hydrochloride Hydrate …… 374
Etidronate Disodium …… 370
Disodium Tablets …… 371
Etilefrine Hydrochloride …… 375

Hydrochloride Tablets ····· 375
Etizolam ····· 369
Etodolac ····· 379
Etoposide ····· 380
Eucalyptus Oil ····· 1108
Eucommia Bark ····· 1251
Evodia Fruit ····· 1211
Exsiccated Gypsum ····· 1228
Extracts ····· 9

F

Famotidine ····· 910
for Injection ····· 912
Powder ····· 911
Tablets ····· 911
Faropenem Sodium Hydrate ····· 913
Sodium for Syrup ····· 914
Sodium Tablets ····· 914
Fenbufen ····· 926
Fennel ····· 1179
Oil ····· 1179
Fentanyl Citrate ····· 925
Ferrous Sulfate Hydrate ····· 1146
Flavin Adenine Dinucleotide Sodium ····· 944
Flavoxate Hydrochloride ····· 945
Flomoxef Sodium ····· 990
Sodium for Injection ····· 991
Flopropione ····· 985
Capsules ····· 986
Flucytosine ····· 953
Fludiazepam ····· 952
Fluidextracts ····· 15
Flunitrazepam ····· 955
Fluocinolone Acetonide ····· 949
Fluocinonide ····· 948
Fluorescein Sodium ····· 950
Fluorometholone ····· 951
Fluorouracil ····· 950
Fluoxymesterone ····· 947
Fluphenazine Enanthate ····· 955
Flurazepam ····· 956
Capsules ····· 957
Flurbiprofen ····· 958
Foeniculated Ammonia Spirit ····· 1177
Folic Acid ····· 1111
Acid Injection ····· 1112
Acid Tablets ····· 1112
Formalin ····· 1046
Water ····· 1047
Formoterol Fumarate Hydrate ····· 1047
Forsythia Fruit ····· 1278
Fosfestrol ····· 1034
Tablets ····· 1035
Fosfomycin Calcium Hydrate ····· 1035
Sodium ····· 1036
Sodium for Injection ····· 1037
Fradiomycin Sulfate ····· 939
Freeze-dried BCG Vaccine (for Percutaneous Use) ····· 869
Botulism Antitoxin, Equine ····· 1038
Diphtheria Antitoxin, Equine ····· 576
Habu Antivenom, Equine ····· 846
Inactivated Tissue Culture Rabies Vaccine ····· 453
Japanese Encephalitis Vaccine ····· 822
Live Attenuated Measles Vaccine ····· 1053
Live Attenuated Mumps Vaccine ····· 416
Live Attenuated Rubella Vaccine ····· 916
Mamushi Antivenom, Equine ····· 1054
Smallpox Vaccine ····· 759
Smallpox Vaccine Prepared in Cell Culture ····· 759
Tetanus Antitoxin, Equine ····· 841
Fritillaria Bulb ····· 1255
Fructose ····· 421
Injection ····· 422
Fulrazepam Hydrochloride ····· 957
Furosemide ····· 975
Tablets ····· 976
Fursultiamine Hydrochloride ····· 954

G

Gabexate Mesilate ····· 426
β-Galactosidase (Aspergillus) ····· 429
(Penicillium) ····· 429
Gallium (^{67}Ga) Citrate Injection ····· 458
Gambir ····· 1173
Gardenia Fruit ····· 1218
Gas Gangrene Antitoxin, Equine ····· 421
Gastrodia Tuber ····· 1243
Gel Patches ····· 14
Gelatin ····· 688
Gentamicin Sulfate ····· 512
Gentian ····· 1206
and Sodium Bicarbonate Powder ····· 1207
Geranium Herb ····· 1207
Ginger ····· 1226
Ginseng ····· 1252
Glacial Acetic Acid ····· 527
Glehnia Root ····· 1257
Glibenclamide ····· 468
Glucose ····· 932
Injection ····· 932
Glutathione ····· 472
Glycerin ····· 465
and Potash Solution ····· 467
Glyceryl Monostearate ····· 1103
Glycine ····· 464
Glycyrrhiza ····· 1197
Extract ····· 1198
Gonadorelin Acetate ····· 518
Gramicidin ····· 460
Granules ····· 10
Griseofulvin ····· 464
Guaifenesin ····· 454
Guanabenz Acetate ····· 455
Guanethidine Sulfate ····· 455

Gypsum …… 1228

H

Haloperidol …… 860
Tablets …… 861
Halothane …… 859
Haloxazolam …… 858
Hemp Fruit …… 1273
Heparin Sodium …… 1011
Sodium Injection …… 1012
Hochuekkito Extract …… 1266
Homatropine Hydrobromide …… 1040
Homochlorcyclizine Hydrochloride …… 1041
Honey …… 1255
Houttuynia Herb …… 1226
Human Chorionic Gonadotrophin …… 625
Chorionic Gonadotrophin for Injection …… 626
Menopausal Gonadotrophin …… 623
Normal Immunoglobulin …… 872
Hydralazine Hydrochloride …… 872
Hydrochloride for Injection …… 873
Hydrochloride Powder …… 873
Hydrochloride Tablets …… 873
Hydrochloric Acid …… 401
Acid Lemonade …… 402
Hydrochlorothiazide …… 878
Hydrocortisone …… 880
Acetate …… 882
and Diphenhydramine Ointment …… 885
Butyrate …… 883
Sodium Phosphate …… 884
Sodium Succinate …… 881
Succinate …… 880
Hydrocotarnine Hydrochloride Hydrate …… 879
Hydrogenated Oil …… 513
Hydrophilic Ointment …… 806
Petrolatum …… 1170
Hydrous Lanolin …… 1125
Hydroxocobalamin Acetate …… 877
Hydroxypropylcellulose …… 875
Hydroxyzine Hydrochloride …… 874
Pamoate …… 874
Hymecromone …… 896
Hypromellose …… 887
Phthalate …… 888

I

Ibuprofen …… 341
Ichthammol …… 327
Idarubicin Hydrochloride …… 337
Hydrochloride for Injection …… 338
Idoxuridine …… 338
Ophthalmic Solution …… 339
Ifenprodil Tartrate …… 340
Imipenem Hydrate …… 344
and Cilastatin for Injection …… 345
Imipramine Hydrochloride …… 342
Hydrochloride Tablets …… 343
Immature Orange …… 1202
Imperata Rhizome …… 1264
Indenolol Hydrochloride …… 352
Indigocarmine …… 346
Injection …… 346
Indium (^{111}In) Chloride Injection …… 398
Indometacin …… 353
Capsules …… 353
Suppositories …… 354
Influenza HA Vaccine …… 355
Infusions and Decoctions …… 12
Injections …… 12
Insulin …… 347
Human (Genetical Recombination) …… 870
Injection …… 348
Zinc Injection (Aqueous Suspension) …… 349
Zinc Protamine Injection (Aqueous Suspension) … 977
Iodamide …… 1113
Iodinated (^{131}I) Human Serum Albumin Injection …… 1111
Iodine …… 1112
, Salicylic Acid and Phenol Spirit …… 1117
Tincture …… 1114
Iodoform …… 1119
Iopamidol …… 325
Iotalamic Acid …… 322
Iotroxic Acid …… 325
Ipecac …… 1249
Syrup …… 1250
Ipratropium Bromide Hydrate …… 341
Isepamicin Sulfate …… 329
Isoflurane …… 333
L-Isoleucine …… 336
Isoniazid …… 331
Injection …… 332
Tablets …… 331
Isophane Insulin Injection (Aqueous Suspension) …… 332
l-Isoprenaline Hydrochloride …… 335
Isopropanol …… 335
Isopropylantipyrine …… 336
Isosorbide …… 330
Dinitrate …… 586
Dinitrate Tablets …… 586
Isotonic Sodium Chloride Solution …… 626

J

Japanese Angelica Root …… 1247
Encephalitis Vaccine …… 822
Gentian …… 1275
Valerian …… 1193
Josamycin …… 587
Propionate …… 588
Jujube …… 1239
Seed …… 1220

K

Kainic Acid and Santonin Powder ····· 419
Acid Hydrate ····· 419
Kakkonto Extract ····· 1191
Kallidinogenase ····· 430
Kamishoyosan Extract ····· 1193
Kanamycin Monosulfate ····· 422
Sulfate ····· 423
Kaolin ····· 420
Ketamine Hydrochloride ····· 509
Ketoprofen ····· 510
Ketotifen Fumarate ····· 509
Kitasamycin ····· 446
Tartrate ····· 448

L

Lactic Acid ····· 822
Lactose Hydrate ····· 824
Lactulose ····· 1120
Lanatoside C ····· 1123
C Tablets ····· 1123
Lard ····· 800
Latamoxef Sodium ····· 1121
Lauromacrogol ····· 1120
Lemonades ····· 15
Lenampicillin Hydrochloride ····· 1156
L-Leucine ····· 1162
Levallorphan Tartrate ····· 1157
Tartrate Injection ····· 1158
Levodopa ····· 1160
Levomepromazine Maleate ····· 1161
Levothyroxine Sodium Hydrate ····· 1158
Sodium Tablets ····· 1159
Lidocaine ····· 1132
Injection ····· 1133
Light Anhydrous Silicic Acid ····· 505
Liquid Paraffin ····· 852
Limaprost Alfadex ····· 1143
Lincomycin Hydrochloride Hydrate ····· 1148
Lindera Root ····· 1180
Liniments ····· 15
Liothyronine Sodium ····· 1127
Sodium Tablets ····· 1128
Liquefied Phenol ····· 922
Liquid Paraffin ····· 851
Liquids and Solutions ····· 9
Lisinopril Hydrate ····· 1129
Tablets ····· 1130
Lithium Carbonate ····· 707
Lithospermum Root ····· 1222
Live Oral Poliomyelitis Vaccine ····· 1042
Longgu ····· 1275
Lonicera Leaf and Stem ····· 1254
Loquat Leaf ····· 1258
Lorazepam ····· 1168
Lotions ····· 15
Low Substituted Hydroxypropylcellulose ····· 876
Loxoprofen Sodium Hydrate ····· 1166
Lycium Bark ····· 1222
Fruit ····· 1203
L-Lysine Hydrochloride ····· 1131
Lysozyme Hydrochloride ····· 1132

M

Macrogol 400 ····· 1050
1500 ····· 1051
4000 ····· 1051
6000 ····· 1052
20000 ····· 1052
Ointment ····· 1053
Magnesium Carbonate ····· 706
Oxide ····· 539
Silicate ····· 508
Stearate ····· 604
Sulfate Hydrate ····· 1147
Sulfate Injection ····· 1147
Sulfate Mixture ····· 1147
Magnolia Bark ····· 1209
Flower ····· 1227
Mallotus Bark ····· 1173
Maltose Hydrate ····· 1054
D-Mannitol ····· 1055
Injection ····· 1056
Maprotiline Hydrochloride ····· 1053
Meclofenoxate Hydrochloride ····· 1066
Mecobalamin ····· 1067
Medazepam ····· 1068
Medicinal Carbon ····· 1107
Soap ····· 1106
Mefenamic Acid ····· 1096
Mefloquine Hydrochloride ····· 1098
Mefruside ····· 1097
Tablets ····· 1097
Meglumine ····· 1065
Amidotrizoate Injection ····· 291
Iotalamate Injection ····· 324
Sodium Amidotrizoate Injection ····· 290
Sodium Iodamide Injection ····· 1114
Melphalan ····· 1100
Menatetrenone ····· 1092
Mentha Herb ····· 1256
Oil ····· 1256
Water ····· 1256
dl-Menthol ····· 1101
l-Menthol ····· 1102
Mepenzolate Bromide ····· 1099
Mepitiostane ····· 1094
Mepivacaine Hydrochloride ····· 1095
Hydrochloride Injection ····· 1095
Mequitazine ····· 1065
Mercaptopurine Hydrate ····· 1099
Mercurochrome ····· 1049

Solution ····· 1050
Meropenem Hydrate ····· 1101
Mestranol ····· 1068
Metenolone Acetate ····· 1085
Enanthate ····· 1084
Enanthate Injection ····· 1084
Metformin Hydrochloride ····· 1090
Hydrochloride Tablets ····· 1090
Methamphetamine Hydrochloride ····· 1069
L-Methionine ····· 1070
Methotrexate ····· 1087
Methoxsalen ····· 1085
Methyl Parahydroxybenzoate ····· 850
Salicylate ····· 534
Methylbenactyzium Bromide ····· 1082
Methylcellulose ····· 1076
Methyldopa Hydrate ····· 1079
Tablets ····· 1080
dl-Methylephedrine Hydrochloride ····· 1072
Hydrochloride Powder, 10% ····· 1073
Methylergometrine Maleate ····· 1073
Maleate Tablets ····· 1074
Methylprednisolone ····· 1081
Succinate ····· 1081
Methylrosanilinium Chloride ····· 1083
Methyltestosterone ····· 1078
Tablets ····· 1079
Meticrane ····· 1070
Metildigoxin ····· 1075
Metoclopramide ····· 1086
Tablets ····· 1087
Metoprolol Tartrate ····· 1088
Tartrate Tablets ····· 1089
Metronidazole ····· 1091
Tablets ····· 1092
Metyrapone ····· 1071
Mexiletine Hydrochloride ····· 1064
Miconazole ····· 1058
Nitrate ····· 1058
Microcrystalline Cellulose ····· 694
Micronomicin Sulfate ····· 1057
Midecamycin ····· 1060
Acetate ····· 1060
Migrenin ····· 1056
Minocycline Hydrochloride ····· 1061
Mitomycin C ····· 1048
Monobasic Calcium Phosphate Hydrate ····· 1151
Morphine and Atropine Injection ····· 1105
Hydrochloride Hydrate ····· 1103
Hydrochloride Injection ····· 1105
Hydrochloride Tablets ····· 1104
Moutan Bark ····· 1265
Mulberry Bark ····· 1235
Mupirocin Calcium Hydrate ····· 1063

N

Nadolol ····· 801
Nalidixic Acid ····· 804
Naloxone Hydrochloride ····· 805
Naphazoline and Chlorpheniramine Solution ····· 803
Hydrochloride ····· 802
Nitrate ····· 802
Naproxen ····· 804
Natural Aluminum Silicate ····· 507
Nelumbo Seed ····· 1278
Neostigmine Methylsulfate ····· 827
Methylsulfate Injection ····· 828
Netilmicin Sulfate ····· 829
Nicardipine Hydrochloride ····· 807
Hydrochloride Injection ····· 807
Nicergoline ····· 814
Powder ····· 815
Tablets ····· 816
Niceritrol ····· 813
Nicomol ····· 810
Tablets ····· 811
Nicorandil ····· 811
Nicotinamide ····· 809
Nicotinic Acid ····· 808
Acid Injection ····· 809
Nifedipine ····· 821
Nilvadipine ····· 825
Tablets ····· 826
Nitrazepam ····· 817
Nitrendipine ····· 818
Tablets ····· 819
Nitrogen ····· 725
Nitroglycerin Tablets ····· 820
Nitrous Oxide ····· 259
Noradrenaline ····· 831
Injection ····· 831
Norethisterone ····· 832
Norfloxacin ····· 835
Norgestrel ····· 833
and Ethinylestradiol Tablets ····· 833
Nortriptyline Hydrochloride ····· 835
Noscapine ····· 830
Hydrochloride Hydrate ····· 830
Notopterygium ····· 1202
Nuphar Rhizome ····· 1230
Nux Vomica ····· 1269
Vomica Extract ····· 1270
Vomica Extract Powder ····· 1270
Vomica Tincture ····· 1271
Nystatin ····· 800

O

Ofloxacin ····· 416
Ointments ····· 14
Olive Oil ····· 417
Ophiopogon Tuber ····· 1255
Ophthalmic Ointments ····· 10
Solutions ····· 14
Opium Alkaloids and Atropine Injection ····· 283

Alkaloids and Scopolamine Injection ····· 285
Alkaloids Hydrochlorides ····· 282
Alkaloids Hydrochlorides Injection ····· 283
Ipecac Powder ····· 1173
Tincture ····· 282
Orange Oil ····· 418
Peel Syrup ····· 1248
Peel Tincture ····· 1249
Orciprenaline Sulfate ····· 418
Oriental Bezoar ····· 1210
Oxapium Iodide ····· 405
Oxaprozin ····· 406
Oxazolam ····· 404
Oxethazaine ····· 415
Oxprenolol Hydrochloride ····· 416
Oxybuprocaine Hydrochloride ····· 414
Oxycodone Hydrochloride Hydrate ····· 406
Oxydol ····· 413
Oxygen ····· 541
Oxymetholone ····· 414
Oxytetracycline Hydrochloride ····· 409
Oxytocin ····· 410
Injection ····· 413
Oyster Shell ····· 1271

P

Panax Japonicus Rhizome ····· 1240
Pancreatin ····· 862
Pancuronium Bromide ····· 863
Panipenem ····· 843
Pantethine ····· 865
Papaverine Hydrochloride ····· 845
Hydrochloride Injection ····· 846
Paraffin ····· 850
Paraformaldehyde ····· 852
Parnaparin Sodium ····· 854
Peach Kernel ····· 1247
Peanut Oil ····· 1122
Penbutolol Sulfate ····· 1030
Pentazocine ····· 1027
Pentobarbital Calcium ····· 1029
Pentoxyverine Citrate ····· 1027
Peony Root ····· 1223
Peplomycin Sulfate ····· 1012
Perilla Herb ····· 1236
Perphenazine ····· 1015
Maleate ····· 1016
Maleate Tablets ····· 1017
Tablets ····· 1016
Pethidine Hydrochloride ····· 1007
Hydrochloride Injection ····· 1008
Petroleum Benzin ····· 627
Pharbitis Seed ····· 1206
Phellodendron Bark ····· 1185
, Albumin Tannate and Bismuth Subnitrate Powder ····· 1186
Phenethicillin Potassium ····· 920
Phenobarbital ····· 921
Powder, 10% ····· 921
Phenol ····· 922
and Zinc Oxide Liniment ····· 923
for Disinfection ····· 922
Phenolated Water ····· 923
Water for Disinfection ····· 923
Phenolsulfonphthalein ····· 924
Injection ····· 925
L-Phenylalanine ····· 918
Phenylbutazone ····· 918
Phenylephrine Hydrochloride ····· 919
Phenytoin ····· 916
Powder ····· 917
Sodium for Injection ····· 917
Tablets ····· 917
Phytonadione ····· 915
Picrasma Wood ····· 1252
Pills ····· 10
Pilocarpine Hydrochloride ····· 904
Pimaricin ····· 895
Pindolol ····· 908
Pinellia Tuber ····· 1257
Pipemidic Acid Hydrate ····· 889
Piperacillin Sodium ····· 890
Sodium for Injection ····· 891
Piperazine Adipate ····· 892
Phosphate Hydrate ····· 892
Phosphate Tablets ····· 893
Pirarubicin ····· 898
Pirenoxine ····· 902
Pirenzepine Hydrochloride Hydrate ····· 902
Piroxicam ····· 905
Pivmecillinam Hydrochloride ····· 886
Plantago Herb ····· 1225
Seed ····· 1225
Plasters and Pressure Sensitive Adhesives Tapes ····· 13
Platycodon Fluidextract ····· 1201
Root ····· 1200
Polygala Root ····· 1189
Polygonatum Rhizome ····· 1184
Polygonum Root ····· 1190
Polymixin B Sulfate ····· 1046
Polyoxyl 40 Stearate ····· 605
Polyporus Sclerotium ····· 1242
Polysorbate 80 ····· 1044
Poria Sclerotium ····· 1259
Potash Soap ····· 433
Potassium Bromide ····· 584
Canrenoate ····· 444
Carbonate ····· 704
Chloride ····· 398
Clavulanate ····· 459
Guaiacolsulfonate ····· 456
Hydroxide ····· 597
Iodide ····· 1109
Permanganate ····· 427
Sulfate ····· 1145

Potato Starch ····· 857
Povidone ····· 1038
Povidone–Iodine ····· 1040
Powdered Acacia ····· 1175
Agar ····· 1200
Alisma Rhizome ····· 1240
Aloe ····· 1176
Amomum Seed ····· 1226
Atractylodes Lancea Rhizome ····· 1235
Atractylodes Rhizome ····· 1258
Calumba ····· 1213
Capsicum ····· 1245
Cellulose ····· 697
Cinnamon Bark ····· 1205
Clove ····· 1241
Cnidium Rhizome ····· 1229
Coix Seed ····· 1275
Coptis Rhizome ····· 1188
Cyperus Rhizome ····· 1209
Dioscorea Rhizome ····· 1221
Fennel ····· 1179
Gambir ····· 1173
Gardenia Fruit ····· 1219
Gentian ····· 1206
Geranium Herb ····· 1207
Ginger ····· 1227
Ginseng ····· 1253
Glycyrrhiza ····· 1198
Ipecac ····· 1250
Japanese Angelica Root ····· 1247
Japanese Gentian ····· 1276
Japanese Valerian ····· 1193
Magnolia Bark ····· 1210
Moutan Bark ····· 1265
Opium ····· 281
Oyster Shell ····· 1272
Panax Japonicus Rhizome ····· 1240
Peach Kernel ····· 1248
Peony Root ····· 1224
Phellodendron Bark ····· 1185
Picrasma Wood ····· 1252
Platycodon Root ····· 1200
Polygala Root ····· 1189
Polyporus Sclerotium ····· 1243
Poria Sclerotium ····· 1259
Processed Aconite Root ····· 1261
Rhubarb ····· 1237
Rose Fruit ····· 1181
Scutellaria Root ····· 1183
Senega ····· 1229
Senna Leaf ····· 1232
Smilax Rhizome ····· 1218
Sophora Root ····· 1204
Sweet Hydrangea Leaf ····· 1174
Swertia Herb ····· 1233
Tragacanth ····· 1251
Zanthoxylum Fruit ····· 1220
Powders ····· 11
Pranoprofen ····· 942
Pravastatin Sodium ····· 943
Prazepam ····· 941
Tablets ····· 941
Precipitated Calcium Carbonate ····· 704
Prednisolone ····· 963
Acetate ····· 967
Sodium Succinate for Injection ····· 966
Succinate ····· 965
Tablets ····· 964
Primidone ····· 946
Probenecid ····· 986
Tablets ····· 987
Procainamide Hydrochloride ····· 969
Hydrochloride Injection ····· 970
Hydrochloride Tablets ····· 969
Procaine Hydrochloride ····· 968
Hydrochloride Injection ····· 968
Procarbazine Hydrochloride ····· 971
Procaterol Hydrochloride Hydrate ····· 970
Processed Aconite Root ····· 1260
Ginger ····· 1196
Prochlorperazine Maleate ····· 972
Maleate Tablets ····· 973
Progesterone ····· 974
Injection ····· 974
Proglumide ····· 972
Promethazine Hydrochloride ····· 989
Propantheline Bromide ····· 981
Propranolol Hydrochloride ····· 983
Hydrochloride Tablets ····· 984
Propyl Parahydroxybenzoate ····· 849
Propylene Glycol ····· 983
Propylthiouracil ····· 982
Tablets ····· 982
Protamine Sulfate ····· 977
Sulfate Injection ····· 978
Prothionamide ····· 978
Protirelin ····· 979
Tartrate Hydrate ····· 980
Prunella Spike ····· 1189
Pueraria Root ····· 1190
Pullulan ····· 958
Purified Dehydrocholic Acid ····· 755
Gelatin ····· 688
Lanolin ····· 1126
Shellac ····· 689
Water ····· 595
Pyrantel Pamoate ····· 899
Pyrazinamide ····· 897
Pyridostigmine Bromide ····· 901
Pyridoxine Hydrochloride ····· 900
Hydrochloride Injection ····· 900
Pyroxylin ····· 905
Pyrrolnitrin ····· 906

Q

Quinidine Sulfate Hydrate ····· 449
Quinine Ethyl Carbonate ····· 450
Hydrochloride Hydrate ····· 451
Sulfate Hydrate ····· 452

R

Ranitidine Hydrochloride ····· 1124
Rape Seed Oil ····· 801
Red Ginseng ····· 1208
Rehmannia Root ····· 1221
Reserpine ····· 1152
Injection ····· 1154
Powder, 0.1% ····· 1153
Tablets ····· 1153
Retinol Acetate ····· 1154
Palmitate ····· 1155
Rhubarb ····· 1236
Riboflavin ····· 1139
Butyrate ····· 1140
Powder ····· 1140
Sodium Phosphate ····· 1141
Sodium Phosphate Injection ····· 1142
Ribostamycin Sulfate ····· 1138
Rice Starch ····· 1212
Rifampicin ····· 1136
Capsules ····· 1137
Ringer's Solution ····· 1148
Ritodrine Hydrochloride ····· 1134
Hydrochloride Tablets ····· 1135
Rokitamycin ····· 1167
Rose Fruit ····· 1181
Rosin ····· 1278
Roxatidine Acetate Hydrochloride ····· 1162
Acetate Hydrochloride Extended-release Capsules ····· 1163
Roxithromycin ····· 1165
Ryokeijutsukanto Extract ····· 1276

S

Saccharated Pepsin ····· 441
Saccharin ····· 528
Sodium Hydrate ····· 529
Safflower ····· 1207
Saffron ····· 1217
Saireito Extract ····· 1215
Salazosulfapyridine ····· 530
Salbutamol Sulfate ····· 537
Salicylated Alum Powder ····· 533
Salicylic Acid ····· 531
Acid Adhesive Plaster ····· 533
Acid Spirit ····· 532
Santonin ····· 542
Saponated Cresol Solution ····· 474
Saposhnikovia Root ····· 1264
Sappan Wood ····· 1235
Saussurea Root ····· 1274
Schisandra Fruit ····· 1212
Schizonepeta Spike ····· 1204
Scopolamine Butylbromide ····· 929
Hydrobromide Hydrate ····· 602
Scopolia Extract ····· 1279
Extract and Carbon Powder ····· 1282
Extract and Ethyl Aminobenzoate Powder ····· 1281
Extract and Tannic Acid Suppositories ····· 1282
Extract Powder ····· 1280
Extract, Papaverine and Ethyl Aminobenzoate Powder ····· 1282
Rhizome ····· 1278
Scutellaria Root ····· 1183
Senega ····· 1228
Syrup ····· 1229
Senna Leaf ····· 1231
Serrapeptase ····· 690
Serum Gonadotrophin ····· 621
Gonadotrophin for Injection ····· 623
Sesame Oil ····· 519
Siccanin ····· 564
Silver Nitrate ····· 585
Nitrate Ophthalmic Solution ····· 585
Protein ····· 980
Protein Solution ····· 981
Simple Ointment ····· 710
Syrup ····· 708
Sinomenium Stem ····· 1264
Sisomicin Sulfate ····· 562
Smilax Rhizome ····· 1218
Sodium Acetate Hydrate ····· 528
Aurothiomalate ····· 453
Benzoate ····· 313
Bicarbonate ····· 705
Bicarbonate and Bitter Tincture Mixture ····· 1225
Bicarbonate Injection ····· 705
Bisulfite ····· 302
Borate ····· 1031
Bromide ····· 584
Carbonate Hydrate ····· 706
Chloride ····· 400
Chloride Injection, 10% ····· 401
Chromate (^{51}Cr) Injection ····· 488
Citrate Hydrate ····· 458
Citrate Injection for Transfusion ····· 459
Cromoglicate ····· 488
Fusidate ····· 927
Hydroxide ····· 598
Iodide ····· 1110
Iodide (^{123}I) Capsules ····· 1110
Iodide (^{131}I) Capsules ····· 1110
Iodide (^{131}I) Solution ····· 1110
Iodohippurate (^{131}I) Injection ····· 1111
Iotalamate Injection ····· 323
Lauryl Sulfate ····· 1119

Pertechnetate (^{99m}Tc) Injection ····· 421
Picosulfate Hydrate ····· 867
Polystyrene Sulfonate ····· 1043
Prasterone Sulfate Hydrate ····· 940
Pyrosulfite ····· 903
Salicylate ····· 534
Thiosulfate Hydrate ····· 723
Thiosulfate Injection ····· 723
Valproate ····· 856
Sophora Root ····· 1203
Sorbitan Sesquioleate ····· 698
D-Sorbitol ····· 698
Solution ····· 699
Soybean Oil ····· 700
Spectinomycin Hydrochloride Hydrate ····· 608
Spirits ····· 11
Spironolactone ····· 607
Stearic Acid ····· 603
Stearyl Alcohol ····· 602
Sterile Purified Water ····· 595
Streptomycin Sulfate ····· 605
Sucralfate Hydrate ····· 600
Sucrose ····· 838
Sulbactam Sodium ····· 611
Sulbenicillin Sodium ····· 619
Sulfadiazine Silver ····· 615
Sulfamethizole ····· 616
Sulfamethoxazole ····· 616
Sulfamonomethoxine Hydrate ····· 617
Sulfinpyrazone ····· 618
Tablets ····· 619
Sulfisoxazole ····· 618
Sulfobromophthalein Sodium ····· 620
Sodium Injection ····· 621
Sulfur ····· 321
and Camphor Lotion ····· 321
, Salicylic Acid and Thianthol Ointment ····· 322
Sulpiride ····· 612
Capsules ····· 613
Tablets ····· 613
Sulpyrine Hydrate ····· 614
Injection ····· 614
Sultamicillin Tosilate Hydrate ····· 609
Sultiame ····· 610
Suppositories ····· 11
Suspensions and Emulsions ····· 11
Suxamethonium Chloride Hydrate ····· 599
Chloride for Injection ····· 600
Chloride Injection ····· 600
Sweet Hydrangea Leaf ····· 1174
Swertia and Sodium Bicarbonate Powder ····· 1234
Herb ····· 1233
Synthetic Aluminum Silicate ····· 506
Syrups ····· 12

T

Tablets ····· 11
Talampicillin Hydrochloride ····· 702
Talc ····· 703
Tamsulosin Hydrochloride ····· 701
Tannic Acid ····· 710
Tartaric Acid ····· 585
Taurine ····· 701
Teceleukin (Genetical Recombination) ····· 746
for Injection (Genetical Recombination) ····· 752
Tegafur ····· 736
Teicoplanin ····· 733
Terbutaline Sulfate ····· 758
Termeric ····· 1180
Testosterone Enanthate ····· 743
Enanthate Injection ····· 743
Propionate ····· 744
Propionate Injection ····· 744
Tetracaine Hydrochloride ····· 753
Tetracycline Hydrochloride ····· 753
Thallium (^{201}Tl) Chloride Injection ····· 399
Theophylline ····· 735
Thiamazole ····· 712
Tablets ····· 712
Thiamine Chloride Hydrochloride ····· 714
Chloride Hydrochloride Injection ····· 716
Chloride Hydrochloride Powder ····· 716
Nitrate ····· 716
Thiamylal Sodium ····· 713
Sodium for Injection ····· 714
Thianthol ····· 719
Thiopental Sodium ····· 721
Sodium for Injection ····· 722
Thioridazine Hydrochloride ····· 722
Thiotepa ····· 720
L-Threonine ····· 797
Thrombin ····· 799
Thymol ····· 729
Tiaramide Hydrochloride ····· 717
Hydrochloride Tablets ····· 718
Ticlopidine Hydrochloride ····· 723
Timepidium Bromide Hydrate ····· 728
Timolol Maleate ····· 729
Tinctures ····· 13
Tinidazole ····· 726
Tipepidine Hibenzate ····· 726
Hibenzate Tablets ····· 727
Titanium Oxide ····· 539
Tizanidine Hydrochloride ····· 724
Toad Venom ····· 1230
Tobramycin ····· 773
Tocopherol ····· 766
Acetate ····· 768
Calcium Succinate ····· 766
Nicotinate ····· 769
Todralazine Hydrochloride Hydrate ····· 770
Tofisopam ····· 772
Tolazamide ····· 774
Tolbutamide ····· 795
Tablets ····· 795

Tolnaftate ····· 794
Solution ····· 794
Tolperisone Hydrochloride ····· 796
Tragacanth ····· 1251
Tranexamic Acid ····· 775
Acid Capsules ····· 776
Acid Injection ····· 777
Acid Tablets ····· 777
Transdermal Systems ····· 11
Trapidil ····· 778
Trepibutone ····· 797
Triamcinolone ····· 779
Acetonide ····· 779
Triamterene ····· 780
Tribulus Fruit ····· 1223
Trichlormethiazide ····· 783
Tablets ····· 784
Trichomycin ····· 786
Trichosanthes Root ····· 1196
Triclofos Sodium ····· 781
Sodium Syrup ····· 782
Trihexyphenidyl Hydrochloride ····· 788
Hydrochloride Tablets ····· 788
Trimebutine Maleate ····· 793
Trimetazidine Hydrochloride ····· 790
Hydrochloride Tablets ····· 791
Trimethadione ····· 789
Tablets ····· 790
Trimetoquinol Hydrochloride Hydrate ····· 792
Troches ····· 14
Tropicamide ····· 798
L-Tryptophan ····· 787
Tubocurarine Chloride Hydrochloride Hydrate ····· 731
Chloride Hydrochloride Injection ····· 732
Tulobuterol Hydrochloride ····· 732
Turpentine Oil ····· 759

U

Ubidecarenone ····· 1108
Ulinastatin ····· 355
Uncaria Hook ····· 1242
Urapidil ····· 355
Urea ····· 825
Urokinase ····· 358
Ursodeoxycholic Acid ····· 357
Uva Ursi Fluidextract ····· 1181

V

L-Valine ····· 853
Vancomycin Hydrochloride ····· 863
Hydrochloride for Injection ····· 865
Vasopressin Injection ····· 842
Verapamil Hydrochloride ····· 1014
Hydrochloride Tablets ····· 1014
Vinblastine Sulfate ····· 908
Sulfate for Injection ····· 909
Vincristine Sulfate ····· 907
Vitamin A Oil ····· 869
A Oil Capsules ····· 869
Voglibose ····· 1032
Tablets ····· 1033

W

Warfarin Potassium ····· 1170
Potassium Tablets ····· 1171
Water ····· 595
for Injection ····· 596
Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection ····· 286
Weil's Disease and Akiyami Combined Vaccine ····· 1169
Wheat Starch ····· 520
White Beeswax ····· 1059
Ointment ····· 806
Petrolatum ····· 1169
Shellac ····· 689
Soft Sugar ····· 837
Whole Human Blood ····· 872
Wine ····· 930

X

Xylitol ····· 444
Injection ····· 445

Y

Yellow Beeswax ····· 1059
Petrolatum ····· 1169

Z

Zaltoprofen ····· 535
Tablets ····· 536
Zanthoxylum Fruit ····· 1220
Zedoary ····· 1190
Zinc Chloride ····· 398
Oxide ····· 538
Oxide Oil ····· 730
Oxide Ointment ····· 253
Oxide Starch Powder ····· 253
Sulfate Hydrate ····· 1144
Sulfate Ophthalmic Solution ····· 1144
Zinostatin Stimalamer ····· 566

INDEX NOMINUM

A

Achyranthis Radix …… 1211
Adeps Lanae Purificatus …… 1126
Suillus …… 800
Agar …… 1199
Pulveratum …… 1200
Akebiae Caulis …… 1273
Alismatis Rhizoma …… 1239
Rhizoma Pulveratum …… 1240
Aloe …… 1175
Pulverata …… 1176
Alpiniae Fructus …… 1274
Officinari Rhizoma …… 1276
Amomi Semen …… 1226
Semen Pulveratum …… 1226
Amylum Maydis …… 760
Oryzae …… 1212
Solani …… 857
Tritici …… 520
Anemarrhenae Rhizoma …… 1240
Angelicae Dahuricae Radix …… 1257
Radix …… 1247
Radix Pulverata …… 1247
Arctii Fructus …… 1212
Arecae Semen …… 1259
Armeniacae Semen …… 1202
Artemisiae Capillaris Flos …… 1178
Asiasari Radix …… 1214
Asparagi Tuber …… 1243
Astragali Radix …… 1182
Atractylodis Lanceae Rhizoma …… 1234
Lanceae Rhizoma Pulveratum …… 1235
Rhizoma …… 1258
Rhizoma Pulveratum …… 1258
Aurantii Fructus Immaturus …… 1202
Nobilis Pericarpium …… 1243
Pericarpium …… 1248

B

Belladonnae Radix …… 1262
Benincasae Semen …… 1244
Benzoinum …… 1177
Bezoar Bovis …… 1210
Bufonis Venenum …… 1230
Bupleuri Radix …… 1213

C

Calumbae Radix …… 1212
Radix Pulverata …… 1213
Cannabis Fructus …… 1273
Capsici Fructus …… 1244
Fructus Pulveratus …… 1245
Cardamomi Fructus …… 1227
Carthami Flos …… 1207
Caryophylli Flos …… 1241
Flos Pulveratus …… 1241
Cassiae Semen …… 1205
Catalpae Fructus …… 1201
Cera Alba …… 1059
Carnauba …… 433
Flava …… 1059
Chrysanthemi Flos …… 1201
Cimicifugae Rhizoma …… 1227
Cinnamomi Cortex …… 1204
Cortex Pulveratus …… 1205
Clematidis Radix …… 1177
Cnidii Monnieris Fructus …… 1225
Rhizoma …… 1229
Rhizoma Pulveratum …… 1229
Coicis Semen …… 1274
Semen Pulveratum …… 1275
Condurango Cortex …… 1213
Coptidis Rhizoma …… 1187
Rhizoma Pulveratum …… 1188
Corni Fructus …… 1219
Corydalis Tuber …… 1182
Crocus …… 1217
Curcumae Rhizoma …… 1180
Cyperi Rhizoma …… 1209
Rhizoma Pulveratum …… 1209

D

Digenea …… 1273
Dioscoreae Rhizoma …… 1221
Rhizoma Pulveratum …… 1221
Dolichi Semen …… 1264

E

Eleutherococci Senticosi Rhizoma …… 1222
Ephedrae Herba …… 1272
Epimedii Herba …… 1178
Eriobotryae Folium …… 1258
Eucommiae Cortex …… 1251
Evodiae Fructus …… 1211

F

Fel Ursi …… 1274

Foeniculi Fructus …… 1179
　Fructus Pulveratus …… 1179
Forsythiae Fructus …… 1278
Fossilia Ossis Mastodi …… 1275
Fritillariae Bulbus …… 1255

G

Gambir …… 1173
　Pulveratum …… 1173
Gardeniae Fructus …… 1218
　Fructus Pulveratus …… 1219
Gastrodiae Tuber …… 1243
Gentianae Radix …… 1206
　Radix Pulverata …… 1206
　Scabrae Radix …… 1275
　Scabrae Radix Pulverata …… 1276
Geranii Herba …… 1207
　Herba Pulverata …… 1207
Ginseng Radix …… 1252
　Radix Pulverata …… 1253
　Radix Rubra …… 1208
Glehniae Radix Cum Rhizoma …… 1257
Glycyrrhizae Radix …… 1197
　Radix Pulverata …… 1198
Gummi Arabicum …… 1174
　Arabicum Pulveratum …… 1175
Gypsum Fibrosum …… 1228

H

Houttuyniae Herba …… 1226
Hydrangeae Dulcis Folium …… 1174
　Dulcis Folium Pulveratum …… 1174

I

Imperatae Rhizoma …… 1264
Ipecacuanhae Radix …… 1249
　Radix Pulverata …… 1250

L

Linderae Radix …… 1180
Lithospermi Radix …… 1222
Lonicerae Folium Cum Caulis …… 1254
Lycii Cortex …… 1222
　Fructus …… 1203

M

Magnoliae Cortex …… 1209
　Cortex Pulveratus …… 1210
　Flos …… 1227
Malloti Cortex …… 1173
Mel …… 1255
Menthae Herba …… 1256
Mori Cortex …… 1235
Moutan Cortex …… 1265
　Cortex Pulveratus …… 1265

N

Nelumbis Semen …… 1278
Notopterygii Rhizoma …… 1202
Nupharis Rhizoma …… 1230

O

Oleum Arachidis …… 1122
　Aurantii …… 418
　Cacao …… 420
　Camelliae …… 731
　Caryophylli …… 1241
　Cinnamomi …… 1205
　Cocois …… 1107
　Eucalypti …… 1108
　Foeniculi …… 1179
　Maydis …… 760
　Menthae Japonicae …… 1256
　Olivae …… 417
　Rapae …… 801
　Ricini …… 894
　Sesami …… 519
　Sojae …… 700
　Terebinthinae …… 759
Ophiopogonis Tuber …… 1255
Opium Pulveratum …… 281
Ostreae Testa …… 1271
　Testa Pulverata …… 1272

P

Paeoniae Radix …… 1223
　Radix Pulverata …… 1224
Panacis Japonici Rhizoma …… 1240
　Japonici Rhizoma Pulveratum …… 1240
Perillae Herba …… 1236
Persicae Semen …… 1247
　Semen Pulveratum …… 1248
Pharbitidis Semen …… 1206
Phellodendri Cortex …… 1185
　Cortex Pulveratus …… 1185
Picrasmae Lignum …… 1252
　Lignum Pulveratum …… 1252
Pinelliae Tuber …… 1257
Plantaginis Herba …… 1225
　Semen …… 1225
Platycodi Radix …… 1200
　Radix Pulverata …… 1200
Polygalae Radix …… 1189
　Radix Pulverata …… 1189
Polygonati Rhizoma …… 1184
Polygoni Multiflori Radix …… 1190
Polyporus …… 1242
　Pulveratus …… 1243

Poria …… 1259
Pulveratum …… 1259
Processi Aconiti Radix …… 1260
Aconiti Radix Pulverata …… 1261
Prunellae Spica …… 1189
Puerariae Radix …… 1190

R

Rehmanniae Radix …… 1221
Resina Pini …… 1278
Rhei Rhizoma …… 1236
Rhizoma Pulveratum …… 1237
Rosae Fructus …… 1181
Fructus Pulveratus …… 1181

S

Saposhnikoviae Radix …… 1264
Sappan Lignum …… 1235
Saussureae Radix …… 1274
Schisandrae Fructus …… 1212
Schizonepetae Spica …… 1204
Scopoliae Rhizoma …… 1278
Scutellariae Radix …… 1183
Radix Pulverata …… 1183
Senegae Radix …… 1228
Radix Pulverata …… 1229
Sennae Folium …… 1231
Folium Pulveratum …… 1232
Sevum Bovinum …… 452
Sinomeni Caulis et Rhizoma …… 1264
Smilacis Rhizoma …… 1218
Rhizoma Pulveratum …… 1218
Sophorae Radix …… 1203
Radix Pulverata …… 1204
Strychni Semen …… 1269
Swertiae Herba …… 1233
Herba Pulverata …… 1233

T

Tinctura Amara …… 1204
Tragacantha …… 1251
Pulverata …… 1251
Tribuli Fructus …… 1223
Trichosanthis Radix …… 1196

U

Uncariae Uncis Cum Ramulus …… 1242
Uvae Ursi Folium …… 1180

V

Valerianae Radix …… 1193
Radix Pulverata …… 1193

Z

Zanthoxyli Fructus …… 1220
Fructus Pulveratus …… 1220
Zedoariae Rhizoma …… 1190
Zingiberis Processum Rhizoma …… 1196
Rhizoma …… 1226
Rhizoma Pulveratum …… 1227
Zizyphi Fructus …… 1239
Semen …… 1220