

1 亜鉛華デンプン

1 亜鉛華デンプン

2 Zinc Oxide Starch Powder

3 酸化亜鉛デンプン

4 製法

酸化亜鉛	500g
デンプン	適量
全量	1000g

5 以上をとり、散剤の製法により製する。

6 性状 本品は白色の粉末である。

7 確認試験

8 (1) 本品1gをろつぼにとり、徐々に温度を高めて炭化し、  
9 更にこれを強熱するとき、黄色を呈し、冷えると色は消える。  
10 残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え、よく振り混ぜた後、  
11 ろ過し、ろ液にヘキサシアノ鉄(II)カリウム試液2~3滴を加  
12 えるとき、白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛)。

13 (2) 本品1gに水10mL及び希塩酸5mLを加え、よく振り混  
14 ぜた後、ろ過する。ろ紙上の残留物に水10mLを加えて煮沸  
15 し、放冷した後、ヨウ素試液1滴を加えるとき、液は暗青紫  
16 色を呈する(デンプン)。

17 貯法 容器 密閉容器。

1 亜鉛華軟膏

1 亜鉛華軟膏

2 Zinc Oxide Ointment

3 酸化亜鉛軟膏

4 本品は定量するとき、酸化亜鉛(ZnO : 81.38)18.5～  
5 21.5%を含む。

6 製法

酸化亜鉛	200g
流動パラフィン	30g
白色軟膏	適量
全量	1000g

7 以上をとり、軟膏剤の製法により製する。ただし、「白色  
8 軟膏」の代わりに対応量の「サラシミツロウ」, 「ソルピタ  
9 ンセスキオレイン酸エステル」及び「白色ワセリン」を用い  
10 て製することができる。

11 性状 本品は白色である。

12 確認試験 本品1gをろつばにとり、加温して融解し、徐々に  
13 温度を高めて全く炭化し、更にこれを強熱するとき、黄色を  
14 呈し、冷えると色は消える。残留物に水10mL及び希塩酸  
15 5mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液にヘキサシ  
16 アノ鉄(II)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき、白色の沈殿  
17 を生じる(酸化亜鉛)。

18 純度試験 カルシウム、マグネシウム及びその他の異物 本品  
19 2.0gをろつばにとり、加温して融解し、徐々に温度を高めて  
20 全く炭化し、次に残留物が黄色となるまで強熱し、冷後、希  
21 塩酸6mLを加え、水浴上で5～10分間加熱するとき、液は無  
22 色澄明である。この液をろ過し、ろ液に水10mLを加え、次  
23 に初め生じた沈殿が消失するまでアンモニア試液を加える。  
24 更にシュウ酸アンモニウム試液及びリン酸水素二ナトリウム  
25 試液2mLずつを加えるとき、液は変化しないか、又は5分間  
26 以内に混濁することがあってもわずかである。

27 定量法 本品約2gを精密に量り、ろつばに入れ、加温して融  
28 解し、徐々に温度を高めて全く炭化し、次に残留物が黄色と  
29 なるまで強熱し、冷後、水1mL及び塩酸1.5mLを加えて溶  
30 かした後、水を加えて正確に100mLとする。この液20mLを  
31 正確に量り、水80mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→  
32 50)を液がわずかに沈殿を生じるまで加え、次にpH10.7のアン  
33 モニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加えた後、  
34 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で  
35 滴定(2.50)する(指示薬:エリオクロムブラックT・塩化ナ  
36 トリウム指示薬0.04g)。

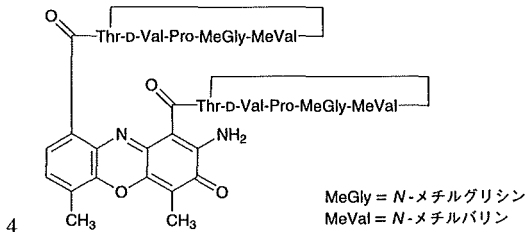
37 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
38 1mL  
39 =4.069mg ZnO

40 貯法 容器 気密容器。

# 1 アクチノマイシンD

## 1 アクチノマイシンD

- 2 Actinomycin D
- 3 ダクチノマイシン



- 5  $C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$  : 1255.42
- 6 [50-76-0]

7 本品は、*Streptomyces parvulus*の培養によって得られる  
8 抗腫瘍活性を有するペプチド系の化合物である。  
9 本品を乾燥したものは定量するとき、1mg当たり950～  
10 1030 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アクチノマ  
11 イシンD( $C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$ )としての量を質量(力価)で示す。  
12 性状 本品はだいたい赤色～赤色の結晶性の粉末である。  
13 本品はアセトンに溶けやすく、アセトニトリル又はメタノ  
14 ールにやや溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水  
15 に極めて溶けにくい。

### 16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(3→100000)につき、紫外可視  
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
19 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアクチノマイシン  
20 D標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較  
21 するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強  
22 度の吸収を認める。  
23 (2) 本品及びアクチノマイシンD標準品0.1gずつをアセト  
24 ン10mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの  
25 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
26 う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
27 フィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にス  
28 ポットする。次に1-ブタノール/水/メタノール混液(4:  
29 2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
30 る。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液  
31 から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの $R_f$ 値  
32 は等しい。

33 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -292～-317°(乾燥後, 10mg, メ  
34 タノール, 10mL, 100mm)。

35 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

36 定量法 本品及びアクチノマイシンD標準品を乾燥し、その約  
37 60mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相  
38 に溶かし、正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
39 試料溶液及び標準溶液25 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
40 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
41 れの液のアクチノマイシンDのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
42 する。

43 アクチノマイシンD( $C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$ )の量[ $\mu$ g(力価)]  
44  $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

45  $M_S$  : アクチノマイシンD標準品の秤取量[mg(力価)]

### 46 試験条件

47 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)  
48 カラム : 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
49 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
50 ル化シリカゲルを充てんする。  
51 カラム温度 : 25°C付近の一定温度  
52 移動相 : 0.02mol/L酢酸・酢酸ナトリウム試液/アセト  
53 ニトリル混液(25 : 23)  
54 流量 : アクチノマイシンDの保持時間が約23分になるよ  
55 うに調整する。

### 56 システム適合性

57 システムの性能 : 標準溶液25 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
58 操作するとき、アクチノマイシンDのピークの理論段  
59 数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、  
60 1.5以下である。  
61 システムの再現性 : 標準溶液25 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
62 で試験を5回繰り返すとき、アクチノマイシンDのピ  
63 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

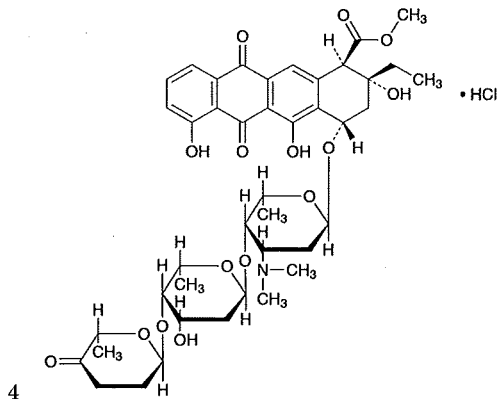
### 64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。  
66 容器 気密容器。

1 アクラルピシン塩酸塩

2 Aclarubicin Hydrochloride

3 塩酸アクラルピシン



5  $C_{42}H_{53}NO_{15} \cdot HCl$  : 848.33

6 Methyl(1*R*,2*R*,4*S*)-4-[(2,6-dideoxy-4-*O*-[(2*R*,6*S*)-6-

7 methyl-5-oxo-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]-

8  $\alpha$ -*L*-lyxo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-2,3,6-trideoxy-3-

9 dimethylamino- $\alpha$ -*L*-lyxo-hexopyranosyloxy)-2-ethyl-2,5,7-

10 trihydroxy-6,11-dioxo-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-

11 1-carboxylate monohydrochloride

12 [75443-99-1]

13 本品は、*Streptomyces galilaeus*の培養によって得られる  
14 抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩で  
15 ある。

16 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり920~  
17 975 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アクラルピシ  
18 ン( $C_{42}H_{53}NO_{15}$  : 811.87)としての量を質量(力価)で示す。

19 性状 本品は黄色~微だいたい黄色の粉末である。

20 本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく、  
21 水に溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくい。

22 確認試験

23 (1) 本品の薄めたメタノール(4 $\rightarrow$ 5)溶液(3 $\rightarrow$ 100000)につ  
24 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを  
25 測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較す  
26 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
27 の吸収を認める。

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

32 (3) 本品のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 200)は塩化物の定性反応  
33 (2) (1.09) を呈する。

34 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -146~-162°(脱水物に換算したも  
35 の50mg, 水, 10mL, 100mm)。

36 pH (2.54) 本品0.05gを水10mLに溶かした液のpHは5.5~  
37 6.5である。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は黄色  
40 ~微だいたい黄色澄明である。

41 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
42 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
43 下)。

44 (3) 類縁物質 本品10mgを移動相10mLに溶かし、試料  
45 溶液とする。試料溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
46 トグラフィー (2.01) により試験を行い、各々のピーク面積  
47 を自動積分法により測定する。面積百分率法によりそれらの  
48 量を求めるとき、アクラルピシンに対する相対保持時間が約  
49 0.6のアクラピノン0.2%以下、アクラルピシンに対する相  
50 対保持時間が約0.75のアクラシノマイシンL1は0.5%以下、  
51 アクラルピシンに対する相対保持時間が約1.7の1-デオキシ  
52 ピロマイシンは1.5%以下、及びアクラルピシンに対する相  
53 対保持時間が約2.3のアクラシノマイシンS1は0.5%以下であ  
54 る。また、アクラルピシン及び上記の物質のピーク以外のピー  
55 クの合計面積はアクラルピシンのピーク面積の1.0%以下  
56 である。

57 試験条件

58 検出器 : 可視吸光度計(測定波長 : 436nm)

59 カラム : 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
60 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充て  
61 んする。

62 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

63 移動相 : クロロホルム/メタノール/酢酸(100)/水/  
64 トリエチルアミン混液(6800 : 2000 : 1000 : 200 : 1)  
65 流量 : アクラルピシンの保持時間が約5分になるように  
66 調整する。

67 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からアクラルピシンの  
68 保持時間の約4倍の範囲

69 システム適合性

70 検出の確認 : 試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
71 えて正確に100mLとし、システム適合性試験用溶液  
72 とする。システム適合性試験用溶液1mLを正確に量  
73 り、移動相を加えて正確に10mLとする。この液  
74 20 $\mu$ Lから得たアクラルピシンのピーク面積がシステ  
75 ム適合性試験用溶液のアクラルピシンのピーク面積の  
76 7~13%になることを確認する。

77 システムの性能 : 本品5mgを0.1mol/L塩酸試液10mLに  
78 溶かし、60分放置する。この液1.0mLに0.2mol/L水  
79 酸化ナトリウム試液1.0mL, pH8.0のリン酸塩緩衝液  
80 1.0mL及びクロロホルム1.0mLを加えて激しくかき混  
81 ぜた後、クロロホルム層を分取する。このクロロホル  
82 ム溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ア  
83 クラルピシン、1-デオキシピロマイシンの順に溶出  
84 し、その分離度は3.0以上である。

85 システムの再現性 : 試料溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
86 で試験を5回繰り返すとき、アクラルピシンのピーク  
87 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

88 水分 (2.48) 3.5%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

89 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

90 定量法 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄め  
91 たメタノール(4 $\rightarrow$ 5)に溶かし、正確に100mLとする。この  
92 液15mLを正確に量り、薄めたメタノール(4 $\rightarrow$ 5)を加えて正  
93 確に100mLとし、試料溶液とする。別にアクラルピシン標  
94 準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸

## 2 アクラルピシン塩酸塩

95 (1→250)0.6mL及び薄めたメタノール(4→5)を加えて溶かし  
96 た後、薄めたメタノール(4→5)を加えて正確に100mLとす  
97 る。この液15mLを正確に量り、薄めたメタノール(4→5)を  
98 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
99 標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験  
100 を行い、波長433nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

101 アクラルピシン( $C_{42}H_{53}NO_{15}$ )の量[ $\mu\text{g}$ (力価)]

$$102 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

103  $M_S$ : アクラルピシン標準品の秤取量[ $\text{mg}$ (力価)]

104 貯法

105 保存条件 遮光して5°C以下で保存する。

106 容器 気密容器。

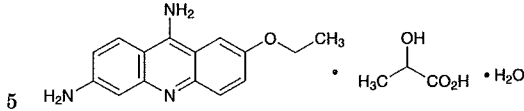
1 アクリノール水和物

1 アクリノール水和物

2 Acrinol Hydrate

3 アクリノール

4 乳酸エタクリジン



6  $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$  : 361.39

7 2-Ethoxy-6,9-diaminoacridine monolactate monohydrate

8 [1837-57-6]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アクリノール( $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$  : 343.38)98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

12 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい。

14 本品1gを水100mLに溶かした液のpHは5.5~7.0である。

15 融点：約245℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(3→25000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→100)5mLに希硫酸5mLを加えてよく振り混ぜ、室温で約10分間放置した後、ろ過するとき、ろ液は乳酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

28 純度試験

29 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水80mLを加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水酸化ナトリウム試液10mL及び水を加えて100mLとし、よく振り混ぜ30分間放置した後、ろ過し、ろ液40mLをとり、希硝酸7mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに水酸化ナトリウム試液4mL、希硝酸7mL及び水を加えて50mLとする(0.026%以下)。

36 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

39 (3) 揮発性脂肪酸 本品0.5gに水20mL及び希硫酸5mLを加え、よく振り混ぜてろ過し、ろ液を加温するとき、揮発性脂肪酸のにおいを発しない。

42 (4) 類縁物質 本品10mgを移動相25mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液(1)1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に10mLとした液を標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面

49 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアクリノール以外のピーク面積は、標準溶液(2)のアクリノールのピーク面積の3倍より大きくない。また、試料溶液のアクリノール以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)のアクリノールのピーク面積より大きくない。

54 試験条件

55 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

56 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

59 カラム温度：25℃付近の一定温度

60 移動相：リン酸二水素ナトリウム7.8gを水900mLに溶かし、リン酸でpHを2.8に調整し、水を加えて1000mLとする。この液700mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300mLを加えた液に1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.0gを溶解する。

65 流量：アクリノールの保持時間が約15分になるように調整する。

67 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクリノールの保持時間の約3倍の範囲

69 システム適合性

70 検出の確認：標準溶液(2)10μLから得たアクリノールのピーク面積が、標準溶液(1)のアクリノールのピーク面積の7~13%になることを確認する。

73 システムの性能：標準溶液(1)10μLにつき、上記の条件で操作するとき、アクリノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下である。

77 システムの再現性：標準溶液(1)10μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アクリノールのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

80 水分(2.48) 4.5~5.5%(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

81 融熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

82 定量法 本品約0.27gを精密に量り、ギ酸5mLに溶かした後、無水酢酸/酢酸(100)混液(1:1)60mLを加え、直ちに0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

86 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.34mg  $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$

87 貯法

88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 気密容器。

1 アクリノール・亜鉛華軟膏

1 アクリノール・亜鉛華軟膏

2 Acrinol and Zinc Oxide Ointment

3 アクリノール酸化亜鉛軟膏

4 製法

アクリノール, 微末	10g
亜鉛華軟膏	990g
全量	1000g

5 以上をとり, 軟膏剤の製法により製する.

6 性状 本品は黄色である.

7 確認試験

8 (1) 本品0.5gにジエチルエーテル5mL, 希塩酸5mL及び  
9 亜硝酸ナトリウム試液2~3滴を加えて振り混ぜ, 放置する  
10 とき, 水層は暗赤色を呈する(アクリノール).

11 (2) 本品0.5gを強熱して灰化し, 残留物を希塩酸5mLに  
12 溶かした液は亜鉛塩の定性反応 (1.09) を呈する.

13 (3) 本品0.5gにジエチルエーテル5mL, 酢酸(100)1mL及  
14 び水5mLを加えて振り混ぜた後, 水層を分取し, 試料溶液  
15 とする. 別にアクリノール5mgを酢酸(100)1mL及び水5mL  
16 に溶かし, 標準溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマ  
17 トグラフィー (2.03) により試験を行う. 試料溶液及び標準  
18 溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィ用シリカゲルを用い  
19 て調製した薄層板にスポットする. 次にジエチルエーテル/  
20 エタノール(95)/酢酸(100)混液(40:10:1)を展開溶媒とし  
21 て約10cm展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線(主  
22 波長365nm)を照射するとき, 試料溶液及び標準溶液から得  
23 たスポットは, 青色の蛍光を発し, それらのR<sub>f</sub>値は等しい.

24 貯法

25 保存条件 遮光して保存する.

26 容器 気密容器.

1 アクリノール・チンク油

1 アクリノール・チンク油

2 Acrinol and Zinc Oxide Oil

3 製法

アクリノール、微末	10g
チンク油	990g
全量	1000g

4 以上をとり、研和して製する。

5 性状 本品は黄白色の泥状物で、長く静置するとき、成分の一  
6 部を分離する。

7 確認試験

8 (1) 本品1gにジエチルエーテル10mL、酢酸(100)2mL及  
9 び水10mLを加えてよく振り混ぜ、水層を分取する。これに  
10 塩酸5mL及び亜硝酸ナトリウム試液2~3滴を加えて振り混  
11 ぜ、放置するとき、液は暗赤色を呈する(アクリノール)。

12 (2) 本品1gをろつばにとり、加温して融解し、徐々に温  
13 度を高めて全く炭化し、更にこれを強熱するとき、黄色を呈  
14 し、冷えると色は消える。残留物に水10mL及び希塩酸5mL  
15 を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液にヘキサシアノ鉄  
16 (II)酸カリウム試液2~3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じ  
17 る(酸化亜鉛)。

18 (3) 本品0.2gにエタノール(95)20mL及び酢酸(100)1mLを  
19 加えてよく振り混ぜ、遠心分離した後、ろ過し、ろ液を試料  
20 溶液とする。別にアクリノール5mgをエタノール(95)50mL  
21 及び酢酸(100)2.5mLに溶かし、標準溶液とする。これらの  
22 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
23 う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィ  
24 ー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次  
25 に2-プロパノール/酢酸(100)混液(9:1)を展開溶媒として  
26 約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
27 長365nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得た  
28 スポットは、青色の蛍光を發し、それらの $R_f$ 値は等しい。

29 貯法

30 保存条件 遮光して保存する。

31 容器 気密容器。



1 複方アクリノール・チンク油

1 複方アクリノール・チンク油

2 Compound Acrinol and Zinc Oxide Oil

3 製法

アクリノール, 微末	10g
チンク油	650g
アミノ安息香酸エチル, 細末	50g
サラシミツロウ	20g
親水ワセリン	270g
全量	1000g

4 以上をとり, 研和して製する.

5 性状 本品は淡黄色~黄色である. 長く静置するとき, 成分の  
6 一部を分離する.

7 確認試験

8 (1) 本品1gにジエチルエーテル10mL, 酢酸(100)2mL及  
9 び水10mLを加えてよく振り混ぜ, 水層を分取する. これに  
10 塩酸5mL及び亜硝酸ナトリウム試液2~3滴を加えて振り混  
11 ぜ, 放置するとき, 液は暗赤色を呈する(アクリノール).

12 (2) 本品1gをろつぽにとり, 加温して融解し, 徐々に温  
13 度を高めて全く炭化し, 更にこれを強熱するとき, 黄色を呈  
14 し, 冷えるときは消える. 残留物に水10mL及び希塩酸5mL  
15 を加え, よく振り混ぜた後, ろ過し, ろ液にヘキサシアノ鉄  
16 (II)酸カリウム試液2~3滴を加えるとき, 白色の沈殿を生じ  
17 る(酸化亜鉛).

18 (3) 本品0.2gにエタノール(95)20mL及び酢酸(100)1mLを  
19 加えてよく振り混ぜ, 遠心分離した後, ろ過し, ろ液を試料  
20 溶液とする. 別にアクリノール5mg及びアミノ安息香酸エチ  
21 ル25mgをそれぞれエタノール(95)50mL及び酢酸  
22 (100)2.5mLに溶かし, 標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする.

23 これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
24 試験を行う. 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
25 グラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層  
26 板にスポットする. 次に2-プロパノール/酢酸(100)混液  
27 (9:1)を展開溶媒として約10cm展開した後, 薄層板を風乾  
28 する. これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき, 試料溶  
29 液及び標準溶液(1)から得たスポットは青色の蛍光を発し,  
30 それらのR値は等しい. また, 紫外線(主波長254nm)を照射  
31 するとき, 試料溶液及び標準溶液(2)から得たスポットは,  
32 紫色を呈し, それらのR値は等しい.

33 貯法

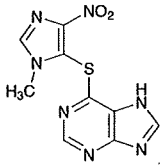
34 保存条件 遮光して保存する.

35 容器 気密容器.

1 アザチオプリン

1 アザチオプリン

2 Azathioprine



3

4 C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S : 277.26

5 6-(1-Methyl-4-nitro-1H-imidazol-5-ylthio)purine

6 [446-86-6]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、アザチオプリン  
8 (C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S)98.5%以上を含む。

9 性状 本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。  
10 本品はピリジン又は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶  
11 けにくく、水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく、ジ  
12 エチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

13 本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。  
14 本品は光によって徐々に着色する。

15 融点：約240℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gに水50mLを加え、加温して溶かす。この  
18 液5mLに希塩酸1mL及び亜鉛粉末0.01gを加え、5分間放置  
19 するとき、液は黄色を呈する。この液をろ過して得た液は芳  
20 香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。ただし、液は  
21 赤色を呈する。

22 (2) 本品0.01gに水50mLを加え、加温して溶かす。この  
23 液1mLにリンタングステン酸試液0.5mL及び希塩酸0.5mL  
24 を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

25 (3) 本品0.03gをとり、水20mLを吸収液とし、酸素フラ  
26 スコ燃焼法(1.06)により得た検液は硫酸塩の定性反応(1)  
27 (1.09)を呈する。

28 (4) 本品0.01gを2mol/L塩酸試液に溶かし、100mLとする。  
29 この液5mLに水を加えて50mLとした液につき、紫外可視吸  
30 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
31 スペクトルと本品の参照スペクトル又はアザチオプリン標準  
32 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると  
33 き、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.5gを*N,N*-ジメチルホルムアミド50mL  
36 に溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

37 (2) 酸又はアルカリ 本品2.0gに水100mLを加え、15分  
38 間よく振り混ぜ、毎分1000回転で5分間遠心分離した後、  
39 ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液40mLにメチ  
40 ルレッド試液2滴を加え、試料溶液とする。

41 (i) 試料溶液20mLに0.02mol/L塩酸0.10mLを加えるとき、  
42 液の色は赤色である。

43 (ii) 試料溶液20mLに0.02mol/L水酸化ナトリウム液  
44 0.10mLを加えるとき、液の色は黄色である。

45 (3) 硫酸塩(1.14) (2)のろ液25mLに希塩酸1mL及び水  
46 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
47 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)。

48 (4) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
49 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
50 下)。

51 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
52 製し、試験を行う(2ppm以下)。

53 (6) 類縁物質 本品10mgに移動相80mLを加え、加温し  
54 て溶かし、冷後、移動相を加えて100mLとし、試料溶液と  
55 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
56 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを  
57 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
58 より試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積  
59 分法により測定するとき、試料溶液のアザチオプリン以外の  
60 ピークの合計面積は、標準溶液のアザチオプリンのピーク面  
61 積の1/2より大きくない。

62 試験条件

63 検出器：紫外吸光度計(測定波長：296nm)

64 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
65 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
66 リカゲルを充てんする。

67 カラム温度：40℃付近の一定温度

68 移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液(1→  
69 2)に薄めたリン酸(3→2000)を加えてpHを2.5に調整  
70 する。この液800mLにメタノール200mLを加える。

71 流量：アザチオプリンの保持時間が約8分になるように  
72 調整する。

73 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアザチオプリンの  
74 保持時間の約3倍の範囲

75 システム適合性

76 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水を加えて  
77 正確に50mLとする。この液20μLから得たアザチオ  
78 プリンのピーク面積が、標準溶液のアザチオプリンの  
79 面積の8~12%になることを確認する。

80 システムの性能：本品10mgに水80mLを加え、加温し  
81 て溶かし、冷後、水を加えて100mLとする。この液  
82 2mLをとり、別に安息香酸0.06gをメタノール3mLに  
83 溶かし、水を加えて10mLとした液2mLを加えた後、  
84 移動相を加えて25mLとする。この液20μLにつき、  
85 上記の条件で操作するとき、アザチオプリン、安息香  
86 酸の順に溶出し、その分離度は9以上である。

87 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
88 で試験を6回繰り返すとき、アザチオプリンのピーク  
89 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

90 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 5時間)。

91 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

92 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
93 チルホルムアミド80mLを加え、加温して溶かし、冷後、  
94 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定  
95 (2.50)する(指示薬：チモールブルー・*N,N*-ジメチルホル  
96 ムアミド試液1mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑  
97 色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を  
98 行い、補正する。

99 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
100 =27.73mg C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S

## 2 アザチオプリン

101 貯法

102 保存条件 遮光して保存する.

103 容器 密閉容器.

# 1 アザチオプリン錠

## 1 アザチオプリン錠

### 2 Azathioprine Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 アザチオプリン( $C_9H_7N_7O_2S$ : 277.26)を含む。

5 製法 本品は「アザチオプリン」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

### 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アザチオプリン」  
9 0.01gに対応する量を取り、水50mLを加え、加温してよく  
10 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLにつき、「アザチオプ  
11 リン」の確認試験(1)を準用する。

12 (2) (1)のろ液1mLにつき、「アザチオプリン」の確認試  
13 験(2)を準用する。

14 (3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
15 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長278~  
16 282nmに吸収の極大を示す。

17 (4) 本品を粉末とし、表示量に従い「アザチオプリン」  
18 0.1gに対応する量を取り、アンモニア水(28)のメタノール溶  
19 液(1→10)10mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液  
20 を試料溶液とする。別にアザチオプリン標準品0.1gをアンモ  
21 ニア水(28)のメタノール溶液(1→10)10mLに溶かし、標準溶  
22 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
23 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
24 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
25 て調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アン  
26 モニア水(28)のメタノール溶液(1→10)/ギ酸n-ブチル/  
27 1,2-ジクロロエタン混液(15:10:5:2)を展開溶媒として  
28 約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
29 長254nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得た  
30 スポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

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

33 本品1個をとり、アザチオプリン( $C_9H_7N_7O_2S$ )5mg当たり  
34 吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド1mLを加え、よく  
35 振り混ぜた後、1mL中にアザチオプリン( $C_9H_7N_7O_2S$ )約  
36 0.2mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確  
37 にV mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ  
38 液3mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に  
39 100mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

40 アザチオプリン( $C_9H_7N_7O_2S$ )の量(mg)

$$41 = M_s \times A_T / A_S \times V / 500$$

42  $M_s$ : アザチオプリン標準品の秤取量(mg)

43 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
44 とする。アザチオプリン( $C_9H_7N_7O_2S$ )約0.1gに対応する量を  
45 精密に量り、吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド20mL  
46 を加え、よく振り混ぜた後、0.1mol/L塩酸試液を加えて正  
47 確に500mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次の  
48 ろ液3mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に  
49 100mLとし、試料溶液とする。別にアザチオプリン標準品  
50 を105°Cで5時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、吸収ス  
51 pektル用ジメチルスルホキシド20mLに溶かし、0.1mol/L

52 塩酸試液を加えて正確に500mLとする。この液3mLを正確  
53 に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、標  
54 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光  
55 度測定法 (2.24)により試験を行い、波長280nmにおける吸  
56 光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

57 アザチオプリン( $C_9H_7N_7O_2S$ )の量(mg) =  $M_s \times A_T / A_S$

58  $M_s$ : アザチオプリン標準品の秤取量(mg)

### 59 貯法

60 保存条件 遮光して保存する。

61 容器 気密容器。

# 1 亜酸化窒素

## 1 亜酸化窒素

2 Nitrous Oxide

3 N<sub>2</sub>O : 44.01

4 本品は定量するとき、亜酸化窒素(N<sub>2</sub>O)97.0vol%以上を  
5 含む。

6 性状 本品は室温、大気圧下において無色のガスで、においは  
7 ない。

8 本品1mLは温度20℃、気圧101.3kPaで、水1.5mL又はエ  
9 タノール(95)0.4mLに溶け、ジエチルエーテル又は脂肪油に  
10 やや溶けやすい。

11 本品1000mLは温度0℃、気圧101.3kPaで約1.96gである。

### 12 確認試験

13 (1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃  
14 える。

15 (2) 本品及び亜酸化窒素1mLずつを、減圧弁を取り付け  
16 た耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用  
17 いて、それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシ  
18 リンジ中に採取する。これらのガスにつき、定量法の操作条  
19 件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行うとき、  
20 本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間  
21 に一致する。

22 純度試験 本品の採取量はその容器を試験前6時間以上、18～  
23 22℃に保った後、20℃で、気圧101.3kPaの容量に換算した  
24 ものとする。

25 (1) 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水400mL  
26 にメチルレッド試液0.3mL及びプロモチモールブルー試液  
27 0.3mLを加え、5分間煮沸する。その50mLずつを3本のネ  
28 ラー管A、B及びCに入れる。更にA管には0.01mol/L塩酸  
29 0.10mLを、B管には0.01mol/L塩酸0.20mLを加え、密栓し  
30 て冷却する。次に口径約1mmのガス導入管の先端を管底か  
31 ら2mmに位置し、15分間で本品1000mLをA管中に通じると  
32 き、液の色はB管中の液のだいたい赤色又はC管中の液の黄  
33 緑色より濃くない。

34 (2) 二酸化炭素 水酸化バリウム試液50mLをネスラー管  
35 に入れ、本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき、液  
36 の混濁は次の比較液より濃くない。

37 比較液：水酸化バリウム試液50mLをネスラー管に入れ、  
38 炭酸水素ナトリウム0.1gを新たに煮沸して冷却した水  
39 100mLに溶かした液1mLを加える。

40 (3) 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液15mLずつ  
41 を2本のネスラー管A及びBにとり、これに酢酸(100)1滴ずつ  
42 を加えて混和し、A液及びB液とする。A液に本品2000mLを  
43 (1)と同様の方法で30分間で通じるとき、A液の色は密栓し  
44 て放置したB液の色と同じである。

45 (4) 過マンガン酸カリウム還元性物質 2本のネスラー管  
46 A及びBにそれぞれ水50mLをとり、これに0.02mol/L過マン  
47 ガン酸カリウム液0.10mLずつを加え、A液及びB液とする。  
48 A液に本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき、A液の  
49 色はB液の色と同じである。

50 (5) 塩化物 2本のネスラー管A及びBにそれぞれ水50mL  
51 をとり、これに硝酸銀試液0.5mLずつを加えて混和し、A液

52 及びB液とする。A液に本品1000mLを(1)と同様の方法で通  
53 じるとき、A液の混濁はB液の混濁と同じである。

54 (6) 一酸化炭素 本品5.0mLを、減圧弁を取り付けた耐圧  
55 金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、  
56 ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取  
57 する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー  
58 (2.02)により試験を行うとき、一酸化炭素の流出位置にピ  
59 ークを認めない。

### 60 操作条件

61 検出器：熱伝導度型検出器

62 カラム：内径約3mm、長さ約3mの管に300～500µmの  
63 ガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm)を  
64 充てんする。

65 カラム温度：50℃付近の一定温度

66 キャリヤーガス：水素又はヘリウム

67 流量：一酸化炭素の保持時間が約20分になるように調  
68 整する。

69 カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素0.1mL及び  
70 空気0.1mLを採取し、キャリヤーガスを加えて  
71 100mLとし、よく混合する。その5.0mLにつき、上  
72 記の条件で操作するとき、酸素、窒素、一酸化炭素の  
73 順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するもの  
74 を用いる。

75 検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス5.0mLから得  
76 た一酸化炭素のピーク高さが約10cmになるように調  
77 整する。

78 定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

79 本品1.0mLを、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器か  
80 ら直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラ  
81 フィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し、このものにつ  
82 き、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験  
83 を行い、空気のピーク面積A<sub>r</sub>を求める。別に混合ガス調製  
84 器に窒素3.0mLを採取し、キャリヤーガスを加えて全量を正  
85 確に100mLとし、よく混合して標準混合ガスとする。その  
86 1.0mLにつき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積A<sub>s</sub>  
87 を求める。

88 亜酸化窒素(N<sub>2</sub>O)の量(vol%)=100 - 3 × A<sub>r</sub>/A<sub>s</sub>

### 89 操作条件

90 検出器：熱伝導度型検出器

91 カラム：内径約3mm、長さ約3mの管に300～500µmの  
92 ガスクロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。

93 カラム温度：50℃付近の一定温度

94 キャリヤーガス：水素又はヘリウム

95 流量：窒素の保持時間が約2分になるように調整する。

96 カラムの選定：混合ガス調製器に窒素3.0mLを採取し、  
97 本品を加えて100mLとし、よく混合する。その  
98 1.0mLにつき、上記の条件で操作するとき、窒素、本  
99 品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離する  
100 ものをを用いる。

101 試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験  
102 を5回繰り返すとき、窒素のピーク面積の相対標準偏  
103 差は2.0%以下である。

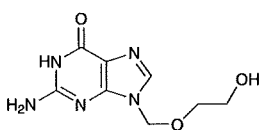
104 貯法

## 2 亜酸化窒素

- 105 保存条件 40℃以下で保存する。
- 106 容器 耐圧金属製密封容器。

## 1 アシクロビル

2 Aciclovir

4  $C_8H_{11}N_5O_3$  : 225.205 2-Amino-9-[(2-hydroxyethoxy)methyl]-1,9-dihydro-  
6 6H-purin-6-one  
7 [59277-89-3]8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アシクロビ  
9 ル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水に溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けに  
12 くい。13 本品は0.1mol/L塩酸試液又は希水酸化ナトリウム試液に  
14 溶ける。

## 15 確認試験

16 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、紫  
17 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアシクロビル  
19 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較す  
20 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
21 の吸収を認める。22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトル又はアシクロビル標準品のスペクトルを  
25 比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様  
26 の強度の吸収を認める。

## 27 純度試験

28 (1) 溶状 本品0.5gを希水酸化ナトリウム試液20mLに溶  
29 かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。30 比較液：色の比較液F 2.5mLに薄めた希塩酸(1→10)を加  
31 えて100mLとする。32 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。35 (3) 類縁物質 定量法で得た試料溶液を試料溶液とする。  
36 別にグアニン約25mgを精密に量り、希水酸化ナトリウム試  
37 液50mLに溶かし、移動相を加えて正確に100mLとする。こ  
38 の液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、  
39 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確に  
40 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
41 験を行う。それぞれの液のグアニンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$   
42 から、次式によりグアニンの量を求めるとき、0.7%以下で  
43 ある。また、試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法によ  
44 り測定し、面積百分率法によりアシクロビル及びグアニン以  
45 外の個々の類縁物質の量を求めるとき、0.2%以下である。  
46 更に上記で求めたグアニンの量及び面積百分率法で求めた  
47 各々の類縁物質の量の合計は1.5%以下である。48 グアニンの量(%)= $M_S/M_T \times A_T/A_S \times 2/5$ 49  $M_S$  : グアニンの秤取量(mg)50  $M_T$  : 本品の秤取量(mg)

## 51 試験条件

52 検出器：カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
53 の試験条件を準用する。54 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアシクロビルの保  
55 持時間の約8倍の範囲

## 56 システム適合性

57 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

58 検出の確認：試料溶液1mLを量り、移動相を加えて  
59 100mLとし、システム適合性試験用溶液とする。シ  
60 ステム適合性試験用溶液1mLを正確に量り、移動相  
61 を加えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得た  
62 アシクロビルのピーク面積が、システム適合性試験用  
63 溶液のアシクロビルのピーク面積の7~13%になるこ  
64 とを確認する。65 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、グアニンのピーク面積の  
67 相対標準偏差は2.0%以下である。

68 (4) 残留溶媒 別に規定する。

69 水分(2.48) 6.0%以下(50mg, 電量滴定法)。

70 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

71 定量法 本品及びアシクロビル標準品(別途本品と同様の方法  
72 で水分(2.48)を測定しておく)約20mgずつを精密に量り、  
73 それぞれ希水酸化ナトリウム試液1mLに溶かし、移動相を  
74 加えてそれぞれ正確に20mLとし、試料溶液及び標準溶液と  
75 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の  
76 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
77 それぞれの液のアシクロビルのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
78 する。79 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の量(mg)= $M_S \times A_T/A_S$ 80  $M_S$  : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

## 81 試験条件

82 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

83 カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に3 $\mu$ m  
84 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
85 リカゲルを充てんする。

86 カラム温度：20℃付近の一定温度

87 移動相：1-デカンスルホン酸ナトリウム1.0g及びリン  
88 酸二水素ナトリウム二水和物6.0gを水1000mLに溶か  
89 し、リン酸を加えてpH3.0に調整する。この液にアセ  
90 トニトリル40mLを加える。91 流量：アシクロビルの保持時間が約3分になるように調  
92 整する。

## 93 システム適合性

94 システムの性能：本品0.1gを希水酸化ナトリウム試液  
95 5mLに溶かし、グアニンの希水酸化ナトリウム試液  
96 溶液(1→4000)2mLを加え、移動相を加えて100mLと  
97 する。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作すると  
98 き、アシクロビル、グアニンの順に溶出し、その分離

## 2 アシクロビル

- 99 度は17以上である。
- 100 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 101 で試験を6回繰り返すとき、アシクロビルのピーク面
- 102 積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 103 貯法 容器 密閉容器。



# 1 アシクロビルシロップ

## 1 アシクロビルシロップ

### 2 Aciclovir Syrup

3 本品は懸濁性のシロップ剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ : 225.20)を含む。

6 製法 本品は「アシクロビル」をとり、シロップ剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品をよく振り混ぜ、表示量に従い「アシクロビ  
9 ル」80mgに対応する容量をとり、0.1mol/L塩酸試液を加え  
10 て100mLとする。この液を遠心分離し、上澄液1mLをとり、  
11 0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき、紫外可  
12 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定すると  
13 き、波長254～258nmに吸収の極大を示す。

14 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
15 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
16 85%以上である。

17 本品をよく振り混ぜ、表示量に従いアシクロビル  
18 ( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約0.4gに対応する容量を正確に量り、試験を開  
19 始し、規定された時間に溶出液20mL以上をとり、遠心分離  
20 する。上澄液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
21 とし、試料溶液とする。別にアシクロビル標準品(別途「ア  
22 シクロビル」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
23 22mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
24 の液4mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標  
25 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光  
26 度測定法(2.24)により試験を行い、波長252nmにおける吸  
27 光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

28 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)  
29 
$$= M_S / V_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1800$$

30  $M_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

31  $V_T$ : 本品の採取量(mL)

32  $C$ : 1mL中のアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の表示量(mg)

33 定量法 本品をよく振り混ぜ、アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約  
34 80mgに対応する容量を正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加  
35 えて正確に100mLとする。この液を遠心分離し、上澄液  
36 2mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
37 0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし、試料溶液とする。別  
38 にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法  
39 で水分(2.48)を測定しておく)約40mgを精密に量り、  
40 0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に50mLとする。この液  
41 2mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
42 0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし、標準溶液とする。試  
43 料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマト  
44 グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
45 面積に対するアシクロビルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
46 める。

47 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

48  $M_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

49 内標準溶液 ニコチン酸の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→

50 2000)

51 試験条件

52 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

53 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
54 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
55 リカゲルを充てんする。

56 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

57 移動相: リン酸1.45gに希酢酸25mLを加え、水を加え  
58 て900mLとした後、1mol/L水酸化ナトリウム試液を  
59 加えてpH2.5に調整し、水を加えて1000mLとする。  
60 この液950mLにメタノール50mLを加える。

61 流量: アシクロビルの保持時間が約7分になるように調  
62 整する。

63 システム適合性

64 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、内標準物質、アシクロビルの順に溶出  
66 し、その分離度は3以上である。

67 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
68 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
69 に対するアシクロビルのピーク面積の比の相対標準偏  
70 差は1.0%以下である。

71 貯法 容器 気密容器。

## 1 アシクロビル注射液

### 1 アシクロビル注射液

#### 2 Aciclovir Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ : 225.20)を含む。

6 製法 本品は「アシクロビル」をとり、注射剤の製法により製  
7 する。

8 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

9 確認試験 本品の表示量に従い「アシクロビル」25mgに対応  
10 する容量をとり、0.5mol/L塩酸試液を加えて100mLとする。  
11 この液2mLをとり、0.5mol/L塩酸試液を加えて50mLとした  
12 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
13 トルを測定するとき、波長254～258nmに吸収の極大を示す。

14 エンドトキシン(4.01) 0.5EU/mg未満。

15 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

16 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

17 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

18 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
19 適合する。

20 定量法 本品のアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約25mgに対応する  
21 容量を正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に  
22 100mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液5mL  
23 を正確に加え、0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし、試料  
24 溶液とする。別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビ  
25 ル」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約25mgを  
26 精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100mLと  
27 する。この液2mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に  
28 に加え、0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし、標準溶液とす  
29 る。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体ク  
30 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピ  
31 ーク面積に対するアシクロビルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$   
32 を求める。

33 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

34  $M_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

35 内標準溶液 ニコチン酸の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→  
36 20000)

37 試験条件

38 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

39 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
40 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
41 リカゲルを充てんする。

42 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

43 移動相: リン酸1.45gに希酢酸25mLを加え、水を加え  
44 て900mLとした後、1mol/L水酸化ナトリウム試液を  
45 加えてpH2.5に調整し、水を加えて1000mLとする。  
46 この液950mLにメタノール50mLを加える。

47 流量: アシクロビルの保持時間が約7分になるように調  
48 整する。

49 システム適合性

50 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
51 操作するとき、内標準物質、アシクロビルの順に溶出

52 し、その分離度は3以上である。

53 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
54 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
55 に対するアシクロビルのピーク面積の比の相対標準偏  
56 差は1.0%以下である。

57 貯法 容器 密封容器。

## 1 シロップ用アシクロビル

## 2 Aciclovir for Syrup

3 本品は用時懸濁して用いるシロップ剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ : 225.20)を含む。

6 製法 本品は「アシクロビル」をとり、シロップ用剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「アシクロビル」12mgに対  
9 する量をとり、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、50mLとする。

10 この液2mLをとり、0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし  
11 た液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
12 クトルを測定するとき、波長254~258nmに吸収の極大を示  
13 す。

14 製剤均一性(6.02) 分包したものは、次の方法により含量均  
15 一性試験を行うとき、適合する。

16 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、薄めた水酸化  
17 ナトリウム試液(1→10)2V/25 mLを加え、超音波処理によ  
18 り崩壊させた後、1mL中にアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約  
19 0.8mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし、  
20 孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初め  
21 のろ液2mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、内標準溶  
22 液5mLを正確に加え、移動相を加えて50mLとし、試料溶液  
23 とする。以下定量法を準用する。

24 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の量(mg)  
25  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

26  $M_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

27 内標準溶液 パラオキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

28 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、バドル法により、  
29 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
30 85%以上である。

31 本品の表示量に従いアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約0.2gに対  
32 応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶  
33 出液5mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィル  
34 ターでろ過する。初めのろ液2mLを除き、次のろ液2mLを  
35 正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。  
36 別にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方  
37 法で水分(2.48)を測定しておく)約11mgを精密に量り、水  
38 に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、  
39 水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
40 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試  
41 験を行い、波長254nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

42 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)  
43  $=M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1800$

44  $M_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

45  $M_T$ : 本品の秤取量(g)

46  $C$ : 1g中のアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の表示量(mg)

47 定量法 本品を必要ならば粉末とし、アシクロビル  
48 ( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約0.2gに対応する量を精密に量り、薄めた水酸  
49 化ナトリウム試液(1→10)20mLを加え、超音波処理により

50 崩壊させた後、水を加えて正確に200mLとし、孔径0.45 $\mu$ m  
51 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液2mL  
52 を除き、次のろ液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正  
53 確に加え、移動相を加えて50mLとし、試料溶液とする。別  
54 にアシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法  
55 で水分(2.48)を測定しておく)約10mgを精密に量り、内標  
56 準溶液10mLを正確に加え、移動相に溶かし、100mLとし、  
57 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の  
58 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
59 内標準物質のピーク面積に対するアシクロビルのピーク面積  
60 の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

61 アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の量(mg)  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

62  $M_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

63 内標準溶液 パラオキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)  
64 試験条件

65 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

66 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
67 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
68 リカゲルを充てんする。

69 カラム温度: 40°C付近の一定温度

70 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8g及び1-  
71 オクタンスルホン酸ナトリウム0.85gを水900mLに溶  
72 かし、リン酸を加えてpH3.0に調整した後、水を加え  
73 て950mLとし、アセトニトリル50mLを加える。

74 流量: アシクロビルの保持時間が約5分になるように調  
75 整する。

76 システム適合性

77 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
78 操作するとき、アシクロビル、内標準物質の順に溶出  
79 し、その分離度は20以上である。

80 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
81 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質に対するアシ  
82 クロビルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以  
83 下である。

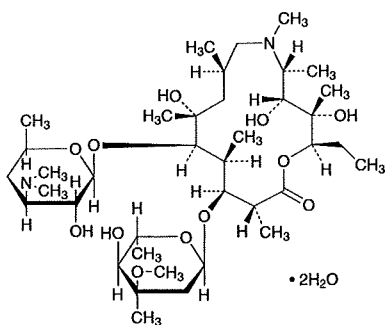
84 貯法 容器 気密容器。

1 アジスロマイシン水和物

1 アジスロマイシン水和物

2 Azithromycin Hydrate

3 アジスロマイシン



4

5  $C_{38}H_{72}N_2O_{12} \cdot 2H_2O$  : 785.02

6 (2R,3S,4S,5R,6R,8R,11R,12R,13S,14R)-5-

7 (3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-

8 hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-

9 C-methyl-3-O-methyl-α-L-ribo-hexopyranosyloxy)-

10 10-aza-6,12,13-trihydroxy-2,4,6,8,10,11,13-

11 heptamethylhexadecan-14-olide dihydrate

12 [117772-70-0]

13 本品はエリスロマイシンの誘導体である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり945～  
15 1030μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アジスロマ  
16 イシン( $C_{38}H_{72}N_2O_{12}$  : 748.98)としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

18 本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく、水  
19 にほとんど溶けない。

20 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
21 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
22 本品の参照スペクトル又はアジスロマイシン標準品のスペク  
23 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところ  
24 に同様の強度の吸収を認める。

25 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -45～-49°(脱水物に換算したもの)  
26 0.4g, エタノール(99.5), 20mL, 100mm)。

27 純度試験

28 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
29 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
30 下)。

31 (2) 類縁物質 別に規定する。

32 (3) 残留溶媒 別に規定する。

33 水分 (2.48) 4.0～5.0%(0.4g, 容量滴定法, 直接滴定)。

34 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

35 定量法 本品及びアジスロマイシン標準品約50mg(力価)に対  
36 応する量を精密に量り、それぞれをアセトニトリル/水混液  
37 (3 : 2)に溶かし、内標準溶液2mLずつを正確に加えた後、ア  
38 セトニトリル/水混液(3 : 2)を加えて50mLとし、試料溶液  
39 及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLにつき、次  
40 の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、  
41 内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク  
42 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

43 アジスロマイシン( $C_{38}H_{72}N_2O_{12}$ )の量[μg(力価)]

$$44 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

45  $M_S$  : アジスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

46 内標準溶液 4,4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン  
47 のアセトニトリル溶液(3→4000)

48 試験条件

49 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 215nm)

50 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm  
51 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポ  
52 リビニルアルコールゲルポリマーを充てんする。

53 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

54 移動相 : リン酸一水素カリウム6.97gを水750mLに溶か  
55 し、水酸化カリウム試液を加えてpHを11.0に調整し  
56 た後、水を加えて1000mLとする。この液400mLに  
57 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル600mLを  
58 加える。

59 流量 : アジスロマイシンの保持時間が約10分になるよ  
60 うに調整する。

61 システム適合性

62 システムの性能 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
63 作するとき、アジスロマイシン、内標準物質の順に溶  
64 出し、その分離度は2.0以上である。

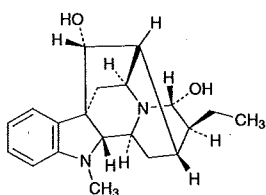
65 システムの再現性 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
66 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
67 対するアジスロマイシンのピーク面積の比の相対標準  
68 偏差は1.0%以下である。

69 貯法 容器 気密容器。

1 アジマリン

1 アジマリン

2 Ajmaline



3

4 C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : 326.43

5 (17*R*,21*R*)-Ajmalan-17,21-diol

6 [4360-12-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、アジマリン  
8 (C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)96.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、  
10 味は苦い。

11 本品は無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノー  
12 ル、エタノール(95)、アセトン又はジエチルエーテルにやや  
13 溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

14 本品は希塩酸に溶ける。

15 融点：約195°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.05gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とす  
18 る。試料溶液1mLに硝酸3mLを加えるとき、液は濃赤色を  
19 呈する。

20 (2) (1)の試料溶液をろ紙上にスポットし、ドラージェンド  
21 ルフ試液を噴霧するとき、スポットはだいたい色を呈する。

22 吸光度 (2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$ (249nm) : 257~271(乾燥後, 2mg, エタ  
23 ノール(95), 100mL)。

24  $E_{1cm}^{1\%}$ (292nm) : 85~95(乾燥後, 2mg, エタノール(95),  
25 100mL)。

26 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +136~+151°(乾燥後, 0.5g, クロ  
27 ロホルム, 50mL, 100mm)。

28 純度試験 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム10mLに溶か  
29 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホ  
30 ルムを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これら  
31 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を  
32 行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
33 フィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板に  
34 スポットする。次にクロロホルム/アセトン/ジエチルアミ  
35 ン混液(5 : 4 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層  
36 板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、  
37 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液か  
38 ら得たスポットより濃くない。

39 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(0.6g, 減圧, 80°C, 3時間)。

40 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(0.5g)。

41 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、無水酢酸  
42 50mL及び非水滴定用アセトン50mLを加えて溶かし、  
43 0.05mol/L過塩素酸で滴定。(2.50)する(電位差滴定法)。同様  
44 の方法で空試験を行い、補正する。

45 0.05mol/L過塩素酸1mL=16.32mg C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

46 貯法

47 保存条件 遮光して保存する。

48 容器 密閉容器。

## 1 アジマリン錠

### 1 アジマリン錠

#### 2 Ajmaline Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 アジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : 326.43)を含む。

5 製法 本品は「アジマリン」をとり、錠剤の製法により製する。

#### 6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アジマリン」0.1gに  
8 対応する量を取り、クロロホルム30mLを加えて振り混ぜた  
9 後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、  
10 「アジマリン」の確認試験を準用する。

11 (2) (1)の残留物0.01gをエタノール(95)100mLに溶かす。  
12 この液10mLにエタノール(95)を加えて50mLとした液につ  
13 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
14 測定するとき、波長247～251nm及び291～294nmに吸収の  
15 極大を示し、269～273nmに吸収の極小を示す。

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

18 本品1個をとり、溶出試験第2液150mLを加えて、崩壊す  
19 るまでよく振り混ぜた後、溶出試験第2液を加えて正確に  
20 200mLとし、孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ  
21 過する。初めのろ液10mLを除き、アジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)  
22 約0.5mgに対応するろ液V mLを正確に量り、溶出試験第2液  
23 を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に定量用ア  
24 ジマリンを80℃で3時間減圧乾燥し、その約25mgを精密に  
25 量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に500mLとし、標準溶  
26 液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測  
27 定法(2.24)により試験を行い、波長288nmにおける吸光度  
28 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

29 アジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

$$30 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / V \times 4$$

31 M<sub>S</sub> : 定量用アジマリンの秤取量(mg)

32 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
33 ル法により毎分100回転で試験を行うとき、本品の60分間の  
34 溶出率は75%以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
37 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
38 確に量り、表示量に従い1mL中にアジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)  
39 約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mL  
40 とし、試料溶液とする。別に定量用アジマリンを80℃で3時  
41 間減圧乾燥し、その約28mgを精密に量り、試験液に溶かし、  
42 正確に500mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
43 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
44 波長288nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

45 アジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$46 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

47 M<sub>S</sub> : 定量用アジマリンの秤取量(mg)

48 C : 1錠中のアジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

49 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末

50 とする。アジマリン(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)約0.3gに対応する量を精密  
51 に量り、アンモニア水(28)15mLを加え、クロロホルム  
52 25mLずつで4回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、  
53 水10mLで洗い、無水硫酸ナトリウム5gを加えてよく振り混  
54 ぜ、ろ過する。容器及び残留物をクロロホルム10mLずつで  
55 2回洗い、ろ過する。全ろ液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、  
56 残留物に無水酢酸50mL及び非水滴定用アセトン50mLを加  
57 えて溶かし、0.05mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差  
58 滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$59 0.05\text{mol/L過塩素酸}1\text{mL} = 16.32\text{mg C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$$

#### 60 貯法

61 保存条件 遮光して保存する。

62 容器 密閉容器。

1 亜硝酸アミル

1 亜硝酸アミル

2 Amyl Nitrite

3  $C_5H_{11}NO_2$  : 117.15

4 本品は3-メチル-1-ブタノールの亜硝酸エステルで、  
5 少量の2-メチル-1-ブタノール及び他の同族体の亜硝酸  
6 エステルを含む。

7 本品は定量するとき、亜硝酸アミル( $C_5H_{11}NO_2$ とし  
8 て)90.0%以上を含む。

9 性状 本品は淡黄色澄明の液で、特異な果実ようのにおいがあ  
10 る。

11 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する。

12 本品は水にほとんど溶けない。

13 本品は光又は熱によって変化する。

14 本品は常温で揮散しやすく、低温でも引火しやすい。

15 沸点：約97°C

16 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
17 液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
18 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
19 ころに同様の強度の吸収を認める。

20 比重(2.56)  $d_{20}^{20}$  : 0.871~0.880

21 純度試験

22 (1) 酸 本品5mLを1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mL、  
23 水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴の混液に加えて  
24 振り混ぜ、1分間放置するとき、水層の淡赤色は消えない。

25 (2) 水分 本品2.0mLをとり、氷水中で5分間放置すると  
26 き、混濁しない。

27 (3) アルデヒド 硝酸銀試液/無アルデヒドエタノール混  
28 液(1:1)3mLに初めに生じた沈殿が消えるまでアンモニア試  
29 液を滴加する。この液に本品1.0mLを加えて60~70°Cで1分  
30 間加温するとき、液は褐色~黒色を呈しない。

31 (4) 蒸発残留物 本品10.0mLを水浴上で引火に注意して  
32 ドラフト内で蒸発し、105°Cで1時間乾燥するとき、残留物  
33 は1.0mg以下である。

34 定量法 メスフラスコにエタノール(95)10mLを入れて、質量  
35 を精密に量り、これに本品約0.5gを加え、再び精密に量る。  
36 次に0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え、更に塩素酸カリ  
37 ウム溶液(1→20)15mL及び希硝酸10mLを加え、直ちに密栓  
38 して5分間激しく振り混ぜる。これに水を加えて正確に  
39 100mLとし、振り混ぜ、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初め  
40 のろ液20mLを除き、次のろ液50mLを正確に量り、過量の  
41 硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定  
42 (2.50)する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(III)試液2mL)。同  
43 様の方法で空試験を行う。

44 0.1mol/L硝酸銀液1mL=35.15mg  $C_5H_{11}NO_2$

45 貯法

46 保存条件 遮光して、火気を避け、冷所に保存する。

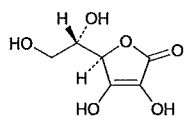
47 容器 内容10mL以下の密封容器。

1 アスコルビン酸

1 アスコルビン酸

2 Ascorbic Acid

3 ビタミンC



5  $C_6H_8O_6$  : 176.12

6 L-threo-Hex-2-enono-1,4-lactone

7 [50-81-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、L-アスコルビン酸  
9 ( $C_6H_8O_6$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
11 酸味がある。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、  
13 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 融点：約190℃(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→50)5mLずつをとり、過マンガン酸  
17 カリウム試液1滴を滴加するとき、また、2,6-ジクロロイン  
18 ドフェノールナトリウム試液1~2滴を滴加するとき、いず  
19 れも試液の色は直ちに消える。

20 (2) 本品0.1gをメタリン酸溶液(1→50)100mLに溶かす。  
21 この液5mLをとり、液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素  
22 試液を加えた後、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→1000)1滴及び  
23 ピロール1滴を加え、50℃で5分間加温するとき、液は青色  
24 を呈する。

25 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +20.5~+21.5°(2.5g, 水, 25mL,  
26 100mm)。

27 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは2.2~  
28 2.5である。

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
31 明である。

32 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
34 下)。

35 乾燥減量 (2.41) 0.20%以下(1g, シリカゲル, 24時間)。

36 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

37 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、メタリン酸  
38 溶液(1→50)50mLに溶かし、0.05mol/Lヨウ素液で滴定  
39 (2.50) する(指示薬：デンプン試液1mL)。

40 0.05mol/Lヨウ素液1mL=8.806mg  $C_6H_8O_6$

41 貯法

42 保存条件 遮光して保存する。

43 容器 気密容器。



## 1 アスコルビン酸散

### 1 アスコルビン酸散

2 Ascorbic Acid Powder

3 ビタミンC散

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～120.0%に対応するL-  
5 -アスコルビン酸( $C_6H_8O_6$ : 176.12)を含む。

6 製法 本品は「アスコルビン酸」をとり、顆粒剤又は散剤の製  
7 法により製する。

8 確認試験

9 (1) 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5gに対応す  
10 る量を取り、水30mLを加え、1分間振り混ぜた後、ろ過す  
11 る。ろ液5mLずつをとり、「アスコルビン酸」の確認試験  
12 (1)を準用する。

13 (2) 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.01gに対  
14 する量を取り、メタリン酸溶液(1→50)10mLを加え、1分間  
15 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLにつき、「アスコルビ  
16 ン酸」の確認試験(2)を準用する。

17 純度試験 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がな  
18 い。

19 定量法 本品のL-アスコルビン酸( $C_6H_8O_6$ )約0.1gに対応する  
20 量を精密に量り、メタリン酸・酢酸試液で繰り返し抽出し、  
21 全抽出液を合わせてろ過し、メタリン酸・酢酸試液で洗い、  
22 ろ液及び洗液を合わせ、更にメタリン酸・酢酸試液を加えて  
23 正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、メタリン  
24 酸・酢酸試液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混  
25 ぜた後、滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム  
26 試液で液が5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定 (2.50) す  
27 る。同様の方法で空試験を行い、補正する。

28 滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液1mL  
29 =  $A$  mg  $C_6H_8O_6$

30 ただし、 $A$ は次の滴定用2,6-ジクロロインドフェノール  
31 ナトリウム試液の標定によって定める。

32 滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液  
33 調製 炭酸水素ナトリウム42mgを水50mLに溶かし、  
34 更に2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二  
35 水和物0.05gを溶かし、水を加えて200mLとし、ろ  
36 過する。用時製する。

37 標定 アスコルビン酸標準品をデシケーター(シリカ  
38 ゲル)で24時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、  
39 メタリン酸・酢酸試液に溶かし、正確に100mLと  
40 し、その2mLを正確に量り、メタリン酸・酢酸試  
41 液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜ、  
42 滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム  
43 試液で5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定  
44 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正し、  
45 この試液1mLに対応するL-アスコルビン酸  
46 ( $C_6H_8O_6$ )の量 $A$  mgを計算する。

47 貯法 容器 気密容器。

## 1 アスコルビン酸注射液

### 1 アスコルビン酸注射液

2 Ascorbic Acid Injection

3 ビタミンC注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～115.0%に対応するL-  
6 -アスコルビン酸( $C_6H_8O_6$ : 176.12)を含む。

7 製法 本品は「アスコルビン酸」をとり、ナトリウム塩とし、  
8 注射剤の製法により製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5gに対応す  
12 る容量をとり、水を加えて25mLとし、この液5mLずつをと  
13 り、「アスコルビン酸」の確認試験(1)を準用する。

14 (2) 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」5mgに対応す  
15 る容量をとり、メタリン酸溶液(1→50)を加えて5mLとし、  
16 「アスコルビン酸」の確認試験(2)を準用する。

17 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

18 pH (2.54) 5.6～7.4

19 エンドトキシン (4.01) 0.15EU/mg未満。

20 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

23 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
24 適合する。

25 定量法 本品のL-アスコルビン酸( $C_6H_8O_6$ )約0.1gに対応する  
26 容量を、必要ならばメタリン酸・酢酸試液で薄めた後、正確  
27 に量り、メタリン酸・酢酸試液を加えて正確に200mLとす  
28 る。この液2mLを正確に量り、メタリン酸・酢酸試液8mL  
29 及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜた後、滴定用2,6-  
30 -ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液が5秒間持  
31 続する淡紅色を呈するまで滴定 (2.50) する。同様の方法で  
32 空試験を行い、補正する。

33 滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液1mL  
34  $= A \text{ mg } C_6H_8O_6$

35 ただし、Aは次の滴定用2,6-ジクロロインドフェノー  
36 ルナトリウム試液の標定によって定める。

37 滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液  
38 調製 炭酸水素ナトリウム42mgを水50mLに溶かし、  
39 更に2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二  
40 水和物0.05gを溶かし、水を加えて200mLとし、ろ  
41 過する。用時製する。

42 標定 アスコルビン酸標準品をデシケーター(シリカ  
43 ゲル)で24時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、  
44 メタリン酸・酢酸試液に溶かし、正確に100mLと  
45 し、その2mLを正確に量り、メタリン酸・酢酸試  
46 液8mL及び過酸化水素試液2mLを加えて振り混ぜ、  
47 滴定用2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム  
48 試液で5秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定  
49 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正し、  
50 この試液1mLに対応するL-アスコルビン酸  
51 ( $C_6H_8O_6$ )の量A mgを計算する。

#### 52 貯法

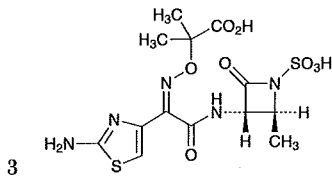
53 保存条件 空気を「窒素」で置換して保存する。

54 容器 密封容器。

# 1 アズトレオナム

## 1 アズトレオナム

### 2 Aztreonam



4 C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub> : 435.43

5 2-[(Z)-(2-Aminothiazol-4-yl)-[(2S,3S)-2-methyl-  
6 4-oxo-1-sulfoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminoxy]-  
7 2-methyl-1-propanoic acid  
8 [78110-38-0]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり920～  
10 1030μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アズトレオ  
11 ナム(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>)としての量を質量(力価)で示す。

12 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、水又はメタノ  
14 ールに溶けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくい。

### 15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(3→100000)につき、紫外可視吸光度測  
17 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
18 トルと本品の参照スペクトル又はアズトレオナム標準品につ  
19 いて同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両  
20 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
21 める。

22 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスル  
23 ホキシド溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル用重水  
24 素化ジメチルスルホキシドに混在する軽水素体を内部基準物  
25 質とし、その化学シフトを2.50ppmとして核磁気共鳴スペク  
26 トル測定法(2.21)により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ 1.5ppm付近  
27 に多重線のシグナルAを、δ 7.0ppm付近に単一線のシグナ  
28 ルBを示し、各シグナルの面積強度比A : Bはほぼ9 : 1であ  
29 る。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -26～-32°(脱水物に換算したもの  
31 0.25g, 水, 50mL, 100mm)。

32 pH(2.54) 本品0.05gを水10mLに溶かした液のpHは2.2～  
33 2.8である。

### 34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.1gを水20mLに溶かすとき、液は無色～  
36 微黄色澄明である。

37 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
39 下)。

40 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
41 製し、試験を行う(2ppm以下)。

42 (4) 類縁物質 本品0.04gを水100mLに溶かし、試料溶液  
43 とする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に  
44 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25μL  
45 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
46 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面

47 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアズトレオ  
48 ナム以外の各々のピーク面積は、標準溶液のアズトレオナム  
49 のピーク面積より大きくない。また、試料溶液のアズトレオ  
50 ナム以外のピークの合計面積は標準溶液のアズトレオナムの  
51 ピーク面積の2.5倍より大きくない。

### 52 試験条件

53 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試験条  
54 件を準用する。

55 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

56 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からアズトレオナムの  
57 保持時間の約4倍の範囲

### 58 システム適合性

59 検出の確認 : 標準溶液5mLを正確に量り、水を加えて  
60 正確に10mLとし、システム適合性試験用溶液とする。  
61 システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り、水を加えて  
62 正確に10mLとし、この液25μLから得たアズ  
63 トレオナムのピーク面積が、システム適合性試験用溶  
64 液のアズトレオナムのピーク面積の7～13%になるこ  
65 とを確認する。

66 システムの性能 : 定量法で得た標準溶液25μLにつき、  
67 上記の条件で操作するとき、内標準物質、アズトレオ  
68 ナムの順に溶出し、その分離度は4以上である。

69 システムの再現性 : 標準溶液25μLにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、アズトレオナムのピーク  
71 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

72 水分(2.48) 2.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

73 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

74 定量法 本品及びアズトレオナム標準品約20mg(力価)に対  
75 する量を精密に量り、それぞれを水70mLに溶かし、内標準  
76 溶液10mLを正確に加え、更に水を加えて100mLとし、試料  
77 溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25μLにつ  
78 き、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
79 を行い、内標準物質のピーク面積に対するアズトレオナムの  
80 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

81 アズトレオナム(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>)の量[μg(力価)]

$$82 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

83  $M_S$  : アズトレオナム標準品の秤取量[mg(力価)]

84 内標準溶液 4-アミノ安息香酸溶液(1→6250)

### 85 試験条件

86 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 280nm)

87 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に10  
88 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
89 化シリカゲルを充てんする。

90 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

91 移動相 : 硫酸水素テトラブチルアンモニウム1.7gを水  
92 300mLに溶かし、0.5mol/Lリン酸水素二ナトリウム  
93 試液でpHを3.0に調整し、水を加えて1000mLとする。  
94 この液650mLにメタノール350mLを加える。

95 流量 : アズトレオナムの保持時間が約8分になるように  
96 調整する。

### 97 システム適合性

98 システムの性能 : 標準溶液25μLにつき、上記の条件で

## 2 アズトレオナム

- 99 操作するとき、内標準物質、アズトレオナムの順に溶  
100 出し、その分離度は4以上である。  
101 システムの再現性：標準溶液25 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
102 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
103 に対するアズトレオナムのピーク面積の比の相対標準  
104 偏差は1.5%以下である。  
105 貯法  
106 保存条件 遮光して保存する。  
107 容器 気密容器。

1 注射用アズトレオナム

1 注射用アズトレオナム

2 Aztreonam for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%に

5 対応するアズトレオナム( $C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$ : 435.43)を含む。

6 製法 本品は「アズトレオナム」をとり、注射剤の製法により

7 製する。

8 性状 本品は白色～黄白色の塊又は粉末である。

9 確認試験

10 (1) 本品の表示量に従い「アズトレオナム」6mg(力価)に  
11 対応する量をとり、塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノー  
12 ル試液1mLに溶かし、3分間放置した後、酸性硫酸アンモニ  
13 ウム鉄(III)試液1mLを加えて振り混ぜるとき、液は、赤褐色  
14 を呈する。

15 (2) 本品の表示量に従い「アズトレオナム」3mg(力価)に  
16 対応する量を水100mLに溶かした液につき、紫外可視吸光  
17 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波  
18 長289～293nmに吸収の極大を示す。

19 pH(2.54) 本品の表示量に従い「アズトレオナム」1.0g(力  
20 価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0で  
21 ある。

22 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「アズトレオナム」1.0  
23 g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき、液は澄明であ  
24 る。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
25 より試験を行うとき、波長450nmにおける吸光度は0.06以  
26 下である。

27 水分(2.48) 2.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

28 エンドトキシン(4.01) 0.10EU/mg(力価)未満。

29 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

30 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

31 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

32 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
33 適合する。

34 定量法 「アズトレオナム」約5g(力価)に対応する個数をとり、  
35 それぞれの内容物を水に溶かし、100mLのメスフラスコに  
36 移す。各々の容器は水で洗い、洗液は先の液に合わせ、水を  
37 加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水  
38 を加えて正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、内  
39 標準溶液10mLを正確に加え、水を加えて100mLとし、試料  
40 溶液とする。別にアズトレオナム標準品約20mg(力価)に対  
41 応する量を精密に量り、水に溶かし、内標準溶液10mLを正  
42 確に加え、水を加えて100mLとし、標準溶液とする。以下  
43 「アズトレオナム」の定量法を準用する。

44 アズトレオナム( $C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$ )の量[mg(力価)]

$$45 = M_S \times Q_T / Q_S \times 250$$

46  $M_S$ : アズトレオナム標準品の秤取量[mg(力価)]

47 内標準溶液 4-アミノ安息香酸溶液(1→6250)

48 貯法

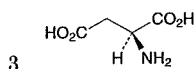
49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 密封容器。

# 1 L-アスパラギン酸

## 1 L-アスパラギン酸

### 2 L-Aspartic Acid



4  $C_4H_7NO_4$  : 133.10

5 (2S)-2-Aminobutanedioic Acid

6 [56-84-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-アスパラギン酸  
8 ( $C_4H_7NO_4$ )98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は水に溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど溶け  
11 ない。

12 本品は希塩酸又は0.2mol/L水酸化ナトリウム試液に溶け  
13 る。

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

18 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +24.0~+26.0°(乾燥後, 2g,  
19 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm).

20 pH (2.54) 本品0.4gを水100mLに加温して溶かし、冷却し  
21 た液のpHは2.5~3.5である。

### 22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gを1mol/L塩酸試液20mLに溶かすとき、  
24 液は無色澄明である。

25 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gをとり、希硝酸6mL及び水  
26 20mLに溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
27 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える  
28 (0.021%以下)。

29 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.6gをとり、希塩酸5mL及び水  
30 30mLに溶かし、水を加えて45mLとする。これを検液とし、  
31 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸5mL  
32 及び水を加えて45mLとする。ただし、検液及び比較液には  
33 塩化バリウム試液5mLずつを加える(0.028%以下)。

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

36 (5) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
38 下)。

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

42 (7) 類縁物質 本品0.20gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試  
43 液10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
44 り、水を加えて正確に10mLとする。この液1mLを正確に量  
45 り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これら  
46 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を  
47 行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフ  
48 ィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。  
49 次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶  
50 媒として約10cm展開した後、薄層板を80°Cで30分間乾燥す

51 る。これにニンヒドリンのメタノール/酢酸(100)混液(97:  
52 3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後、80°Cで10分間加熱す  
53 るとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標  
54 準溶液から得たスポットより濃くない。

55 乾燥減量 (2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 3時間)。

56 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、水50mL  
58 に加温して溶かす。冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で  
59 滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
60 補正する。

61 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=13.31mg  $C_4H_7NO_4$

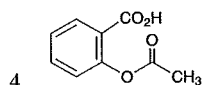
62 貯法 容器 気密容器。

# 1 アスピリン

## 1 アスピリン

2 Aspirin

3 アセチルサリチル酸



5  $C_9H_8O_4$  : 180.16

6 2-Acetoxybenzoic acid

7 [50-78-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アスピリン  
9 ( $C_9H_8O_4$ )99.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶，粒又は粉末で，においはなく，わず  
11 かに酸味がある。

12 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，ジエチ  
13 ルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい。

14 本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶  
15 ける。

16 本品は湿った空气中で徐々に加水分解してサリチル酸及び  
17 酢酸になる。

18 融点：約136℃(あらかじめ溶液を130℃に加熱しておく)。

### 19 確認試験

20 (1) 本品0.1gに水5mLを加えて5～6分間煮沸し，冷後，  
21 塩化鉄(III)試液1～2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する。

22 (2) 本品0.5gに炭酸ナトリウム試液10mLを加えて5分間  
23 煮沸し，希硫酸10mLを加えるとき，酢酸のにおいを発し，  
24 白色の沈殿を生じる。また，この沈殿をろ過して除き，ろ液  
25 にエタノール(95)3mL及び硫酸3mLを加えて加熱するとき，  
26 酢酸エチルのにおいを発する。

### 27 純度試験

28 (1) 溶状 本品0.5gを温炭酸ナトリウム試液10mLに溶か  
29 すとき，液は澄明である。

30 (2) サリチル酸 本品2.5gをエタノール(95)に溶かし  
31 25mLとし，この1.0mLをとり，新たに製した希硫酸アンモ  
32 ニウム鉄(III)試液1mLに水を加えてネスラー管中で50mLと  
33 した液に加え，30秒間放置するとき，液の色は次の比較液  
34 より濃くない。

35 比較液：サリチル酸0.100gを水に溶かし，酢酸(100)1mL  
36 及び水を加えて1000mLとする。この液1.0mLをとり，  
37 新たに製した希硫酸アンモニウム鉄(III)試液1mLにエタ  
38 ノール(95)1mL及び水を加えてネスラー管中で50mLと  
39 した液に加え，30秒間放置する。

40 (3) 塩化物 (1.03) 本品1.8gに水75mLを加え，5分間煮  
41 沸し，冷後，水を加えて75mLとし，ろ過する。ろ液25mL  
42 に希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし，  
43 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える  
44 (0.015%以下)。

45 (4) 硫酸塩 (1.14) (3)のろ液25mLに希塩酸1mL及び水  
46 を加えて50mLとする。これを検液とし，試験を行う。比較  
47 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.040%以下)。

48 (5) 重金属 (1.07) 本品2.5gをアセトン30mLに溶かし，  
49 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし，

50 試験を行う。比較液は鉛標準液2.5mLにアセトン30mL，希  
51 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)。

52 (6) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり，試験を行う。  
53 液の色は比較液Qより濃くない。

54 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(3g，シリカゲル，5時間)。

55 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，0.5mol/L水  
57 酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管  
58 (ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて10分間穏やかに煮  
59 沸する。冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.25mol/L  
60 硫酸で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノールフタレイン試液  
61 3滴)。同様の方法で空試験を行う。

62 0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL=45.04mg  $C_9H_8O_4$

63 貯法 容器 密閉容器。

## 1 アスピリン錠

### 1 アスピリン錠

2 Aspirin Tablets

3 アセチルサリチル酸錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

5 アスピリン( $C_9H_8O_4$ : 180.16)を含む。

6 製法 本品は「アスピリン」をとり、錠剤の製法により製する。

7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アスピリン」0.1gに  
9 対応する量を取り、水10mLを加えて5～6分間煮沸し、冷後、  
10 ろ過する。ろ液に塩化鉄(III)試液1～2滴を加えるとき、液は  
11 赤紫色を呈する。

12 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「アスピリン」0.5gに  
13 対応する量を取り、温エタノール(95)10mLずつで振り混ぜ  
14 て2回抽出し、抽出液を合わせてろ過する。ろ液を蒸発乾固  
15 し、残留物に炭酸ナトリウム試液10mLを加えて5分間煮沸  
16 し、以下「アスピリン」の確認試験(2)を準用する。

17 純度試験 サリチル酸 本品を粉末とし、表示量に従い「アス  
18 ピリン」1.0gに対応する量を取り、エタノール(95)15mLを  
19 加えて5分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液5mLを除  
20 き、次のろ液1.0mLをとり新たに製した希硫酸アンモニウム  
21 鉄(III)試液1mLに水を加えてネスラー管中で50mLとした液  
22 に加え、以下「アスピリン」の純度試験(2)を準用する。

23 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
24 とする。アスピリン( $C_9H_8O_4$ )約1.5gに対応する量を精密に量  
25 り、0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え、以下  
26 「アスピリン」の定量法を準用する。

27 0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL=45.04mg  $C_9H_8O_4$

28 貯法 容器 密閉容器。

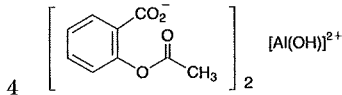


1 アスピリンアルミニウム

1 アスピリンアルミニウム

2 Aspirin Aluminum

3 アセチルサリチル酸アルミニウム



5 C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>AlO<sub>9</sub> : 402.29

6 Bis(2-acetoxybenzoato)hydroxoaluminium

7 [23413-80-1]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アスピリン  
9 (C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub> : 180.16)83.0~90.0%及びアルミニウム(Al :  
10 26.98)6.0~7.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわ  
12 ずかに酢酸臭がある。

13 本品は水、メタノール、エタノール(95)又はジエチルエー  
14 テルにほとんど溶けない。

15 本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に分  
16 解しながら溶ける。

17 確認試験

18 (1) 本品0.1gに水酸化ナトリウム試液10mLを加え、必要  
19 ならば加温して溶かす。この液2mLに塩酸を加えて中性と  
20 し、塩化鉄(III)試液1~2滴を加えるとき、液は赤紫色を呈す  
21 る。

22 (2) 定量法(1)の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
23 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長277~  
24 279nmに吸収の極大を示す。

25 (3) 本品2gを白金るつぼにとり、炭化するまで強熱し、  
26 残留物に無水炭酸ナトリウム1gを加えて20分間強熱する。  
27 冷後、残留物に希塩酸15mLを加えて振り混ぜた後、ろ過す  
28 る。このろ液はアルミニウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

29 純度試験

30 (1) サリチル酸塩 定量法(1)で得たA<sub>T2</sub>とA<sub>S2</sub>から次の式  
31 によって、サリチル酸塩[サリチル酸(C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> : 138.12)とし  
32 て]の量を求めるとき、その量は換算した脱水物に対し7.5%  
33 以下である。

34 サリチル酸(C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × A<sub>T2</sub> / A<sub>S2</sub> × 1/4

35 M<sub>S</sub> : 定量用サリチル酸の秤取量(mg)

36 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gを磁製のつぼにとり、ゆる  
37 くふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸2mL及び  
38 硫酸1mLを加え、白煙が発生し、更に白煙がなくなるまで  
39 弱く加熱した後、500~600℃で強熱し、灰化する。灰化が  
40 不十分のときには、更に硝酸2mL及び硫酸1mLを加え、同  
41 様に弱く加熱した後、500~600℃で強熱し、完全に灰化す  
42 る。冷後、塩酸2mLを加え、以下第2法により操作し、試験  
43 を行う。ただし、比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて  
44 同様に操作し、鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする  
45 (10ppm以下)。

46 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gを水酸化ナトリウム試液15mL  
47 に溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え、赤色が消

48 えるまでかき混ぜながら塩酸を滴加する。更に塩酸2mLを  
49 加え、時々振り混ぜながら10分間冷却し、ガラスろ過器  
50 (G3)を用いてろ過し、残留物を1mol/L塩酸試液5mLで2回洗  
51 い、洗液はろ液に合わせ、これを検液とし、試験を行う  
52 (2ppm以下)。

53 水分(2.48) 4.0%以下(0.15g, 容量滴定法, 直接滴定)。

54 定量法

55 (1) アスピリン 本品約0.1gを精密に量り、フッ化ナトリ  
56 ウム試液40mLを加え、5分間振り混ぜた後、更に時々振り  
57 混ぜ、10分間放置する。次にクロロホルム20mLずつで6回  
58 抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、更にクロロホルム  
59 を加えて正確に200mLとする。この液10mLを正確に量り、  
60 クロロホルムを加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。  
61 別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間  
62 乾燥し、その約90mgを精密に量り、クロロホルムに溶かし、  
63 正確に200mLとする。この液5mLを正確に量り、クロロホ  
64 ルムを加えて正確に200mLとし、標準溶液(1)とする。また  
65 アスピリン標準品をデシケーター(シリカゲル)で5時間乾燥  
66 し、その約90mgを精密に量り、クロロホルムに溶かし、正  
67 確に200mLとする。この液10mLを正確に量り、クロロホル  
68 ムを加えて正確に100mLとし、標準溶液(2)とする。試料溶  
69 液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、紫外可視吸光度測  
70 定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液(1)の  
71 波長278nmにおける吸光度A<sub>T1</sub>及びA<sub>S1</sub>、並びに308nmにお  
72 ける吸光度A<sub>T2</sub>及びA<sub>S2</sub>を測定する。また標準溶液(2)の波長  
73 278nmにおける吸光度A<sub>S3</sub>を測定する。

74 アスピリン(C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

75 
$$= M_S \times \left[ \frac{A_{T1} - \frac{A_{T2} \times A_{S1}}{A_{S2}}}{A_{S3}} \right]$$

76 M<sub>S</sub> : アスピリン標準品の秤取量(mg)

77 (2) アルミニウム 本品約0.4gを精密に量り、水酸化ナト  
78 リウム試液10mLに溶かし、1mol/L塩酸試液を滴加してpH  
79 を約1とし、更にpH3.0の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液  
80 20mL及びCu-PAN試液0.5mLを加え、煮沸しながら、  
81 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で  
82 滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から  
83 黄色に変わり、1分間以上持続したときとする。同様の方法  
84 で空試験を行い、補正する。

85 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
86 1mL  
87 = 1.349mg Al

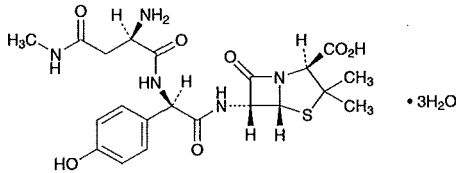
88 貯法 容器 密閉容器。

1 アスポキシシリン水和物

1 アスポキシシリン水和物

2 Aspicillin Hydrate

3 アスポキシシリン



4  $C_{21}H_{27}N_5O_7S \cdot 3H_2O$  : 547.58

5 (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(2*R*)-2-Amino-3-

6 methylcarbamoylpropanoylamino]-

7 2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-

8 4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid

9 trihydrate

10 [63358-49-6, 無水物]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり950～  
12 1020 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アスポキシ  
13 シリン( $C_{21}H_{27}N_5O_7S$  : 493.53)としての量を質量(力価)で示  
14 す。

15 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

16 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水にや  
17 や溶けにくく、アセトニトリル、メタノール又はエタノール  
18 (95)にほとんど溶けない。

19 確認試験

20 (1) 本品の水溶液(1→4000)につき、紫外可視吸光度測定  
21 法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
22 と本品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品につ  
23 いて同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両  
24 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
25 める。

26 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
27 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
28 品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品のスペクトル  
29 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
30 同様の強度の吸収を認める。

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +170～+185°(脱水物に換算したも  
32 の0.2g, 水, 20mL, 100mm)。

33 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.2～  
34 5.2である。

35 純度試験

36 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
37 明である。

38 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
40 下)。

41 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第5法により検液を調  
42 製し、試験を行う(1ppm以下)。

43 (4) 類縁物質 本品0.05gを移動相10mLに溶かし、試料  
44 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
45 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

46 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
47 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
48 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアスポキ  
49 シリン以外のピーク面積は、標準溶液のアスポキシシリ  
50 ンのピーク面積の3/10より大きくない。また、試料溶液の  
51 アスポキシシリン以外のピーク合計面積は、標準溶液のア  
52 スポキシシリンのピーク面積より大きくない。

53 試験条件

54 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
55 の試験条件を準用する。

56 面積測定範囲：アスポキシシリンの保持時間の約6倍の  
57 範囲

58 システム適合性

59 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

60 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
61 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアス  
62 ポキシシリンのピーク面積が、標準溶液のアスポキシ  
63 シリンのピーク面積の15～25%になることを確認す  
64 る。

65 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、アスポキシシリンのピー  
67 ク面積の相対標準偏差は5%以下である。

68 水分(2.48) 9.5～13.0%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

69 定量法 本品及びアスポキシシリン標準品約0.1g(力価)に対  
70 する量を精密に量り、それぞれを水適量に溶かし、内標準溶  
71 液10mLずつを正確に加え、アセトニトリル6.5mL及び水を  
72 加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液  
73 及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
74 ー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
75 対するアスポキシシリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め  
76 る。

77 アスポキシシリン( $C_{21}H_{27}N_5O_7S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$78 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

79  $M_S$  : アスポキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

80 内標準溶液 *N*-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド  
81 溶液(1→1000)

82 試験条件

83 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

84 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
85 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
86 リカゲルを充てんする。

87 カラム温度：40°C付近の一定温度

88 移動相：アセトニトリル130mLにpH3.0のリン酸二水  
89 素カリウム試液を加えて1000mLとする。

90 流量：アスポキシシリンの保持時間が約3分になるよう  
91 に調整する。

92 システム適合性

93 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
94 操作するとき、アスポキシシリン、内標準物質の順に  
95 溶出し、その分離度は8以上である。

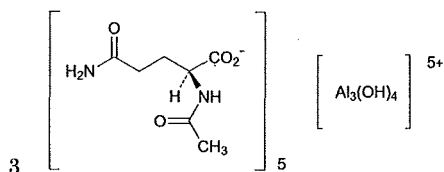
96 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
98

## 2 アスポキシシリン水和物

- 99 に対するアスポキシシリンのピーク面積の比の相対標  
100 準偏差は0.8%以下である。  
101 貯法 容器 気密容器。

## 1 アセグルタミドアルミニウム

## 2 Aceglutamide Aluminum

4 C<sub>35</sub>H<sub>59</sub>Al<sub>3</sub>N<sub>10</sub>O<sub>24</sub> : 1084.84

5 Pentakis[(2S)-2-acetylamino-4-

6 carbamoylbutanoato]tetrahydroxotrialuminium

7 [J2607-92-0]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アセグルタ  
9 ミド(C<sub>7</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 188.18)85.4~87.6%及びアルミニウム  
10 (Al : 26.98)7.0~8.0%を含む。

11 性状 本品は白色の粉末で、収れん性の苦味を有する。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶け  
13 ない。

14 本品は希塩酸に溶ける。

15 本品は吸湿性である。

## 16 確認試験

17 (1) 本品及びアセグルタミド標準品0.03gを量り、それぞ  
18 れを水5mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これ  
19 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
20 を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラ  
21 フィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。  
22 次に1-プロパノール/水/酢酸(100)混液(16 : 8 : 1)を展開  
23 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。薄層板  
24 にプロモクレゾールグリンのエタノール(95)溶液(1→1000)  
25 を均等に噴霧し、更に薄めたアンモニア水(28)(1→100)を均  
26 等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポット  
27 は淡黄色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

28 (2) 本品の希塩酸溶液(1→20)はアルミニウム塩の定性反  
29 応(1.09)を呈する。30 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -5.5~-7.5°(乾燥物に換算したもの  
31 2g, 水, 50mL, 100mm)。

## 32 純度試験

33 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gを磁製するつばにとり、ゆる  
34 くふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸2mL及び  
35 硫酸1mLを加え、白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後、  
36 500~600°Cで強熱し、灰化する。灰化が不十分なときは、  
37 更に硝酸2mL及び硫酸1mLを加え、同様に弱く加熱した後、  
38 500~600°Cで強熱し、灰化する。冷後、塩酸2mLを加え、  
39 以下第2法により操作し、試験を行う。比較液は検液の調製  
40 と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液2.0mL及び水  
41 を加えて50mLとする(20ppm以下)。

42 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
43 製し、試験を行う(2ppm以下)。44 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相に溶かし、正確に  
45 100mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、  
46 移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。別  
47 に2-アセトアミドグルタルイミド10mgを移動相に溶かし、

48 正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、移動相を  
49 加えて正確に100mLとし、標準溶液(2)とする。試料溶液、  
50 標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり、次の条  
51 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、そ  
52 れぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する  
53 とき、試料溶液の2-アセトアミドグルタルイミドのピーク  
54 面積は標準溶液(2)の2-アセトアミドグルタルイミドのピー  
55 ク面積より大きくない。また、試料溶液のアセグルタミド及  
56 び2-アセトアミドグルタルイミド以外の各々のピーク面積  
57 は標準溶液(1)のアセグルタミドのピーク面積の3/10より大  
58 きくない。また、試料溶液のアセグルタミド及び2-アセト  
59 アミドグルタルイミド以外のピークの合計面積は標準溶液  
60 (1)のアセグルタミドのピーク面積より大きくない。

## 61 試験条件

62 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量  
63 法の試験条件を準用する。64 面積測定範囲 : アセグルタミドの保持時間の約3倍の範  
65 囲

## 66 システム適合性

67 システムの性能は定量法(1)のシステム適合性を準用す  
68 る。69 検出の確認 : 標準溶液(1)5mLを正確に量り、移動相を  
70 加えて正確に50mLとし、この液20μLから得たアセ  
71 グルタミドのピーク面積が標準溶液の7~13%になる  
72 ことを確認する。73 システムの再現性 : 標準溶液(1)20μLにつき、上記の条  
74 件で試験を6回繰り返すとき、アセグルタミドのピー  
75 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(1g, 130°C, 5時間)。

## 77 定量法

78 (1) アセグルタミド 本品約50mgを精密に量り、移動相  
79 に溶かし、内標準溶液10mLを正確に加え、更に移動相を加  
80 えて50mLとし、試料溶液とする。別にアセグルタミド標準  
81 品約45mgを精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液  
82 10mLを正確に加え、更に移動相を加えて50mLとし、標準  
83 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件  
84 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標  
85 準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の  
86 比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。87 アセグルタミド(C<sub>7</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>88 M<sub>S</sub> : アセグルタミド標準品の秤取量(mg)

89 内標準溶液 チミンのメタノール溶液(1→4000)

## 90 試験条件

91 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

92 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm  
93 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
94 リカゲルを充てんする。

95 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

96 移動相 : 薄めた過塩素酸(1→1000)/メタノール混液  
97 (99 : 1)98 流量 : アセグルタミドの保持時間が約5分になるように  
99 調整する。

## 2 アセグルタミドアルミニウム

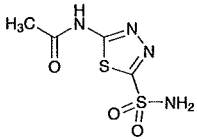
- 100 システム適合性  
101 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
102 操作するとき、アセグルタミド、内標準物質の順に溶  
103 出し、その分離度は11以上である。  
104 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
105 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
106 に対するアセグルタミドのピーク面積の比の相対標準  
107 偏差は1.0%以下である。
- 108 (2) アルミニウム 本品約3gを精密に量り、希塩酸20mL  
109 を加え、60分間水浴上で加熱し、冷後、水を加えて正確に  
110 200mLとする。この液20mLを正確に量り、0.05mol/Lエチ  
111 レンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加  
112 え、pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた  
113 後、5分間煮沸し、冷後、エタノール(95)50mLを加え、  
114 0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬：ジチゾン  
115 試液2mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に  
116 変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。
- 117 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
118 1mL  
119 =1.349mg Al
- 120 貯法 容器 気密容器。

1 アセタゾラミド

1 アセタゾラミド

2 Acetazolamide

3 アセタゾールアミド



4

5  $C_4H_6N_4O_3S_2$  : 222.25

6 *N*-(5-Sulfamoyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)acetamide

7 [59-66-5]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アセタゾラ  
9 ミド( $C_4H_6N_4O_3S_2$ )98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、  
11 味はわずかに苦い。

12 本品はエタノール(95)に溶けにくく、水に極めて溶けにく  
13 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 融点：約255℃(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品0.1gに水酸化ナトリウム試液5mLを加え、次に  
17 塩酸ヒドロキシアンモニウム0.1g及び硫酸銅(II)五水和物  
18 0.05gを水10mLに溶かした液5mLを加えるとき、液は淡黄  
19 色を呈し、更に5分間加熱するとき、この呈色は徐々に濃く  
20 なる。

21 (2) 本品0.02gに希塩酸2mLを加えて10分間煮沸し、冷後、  
22 水8mLを加えた液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を  
23 呈する。

24 (3) 本品0.2gに粒状の亜鉛0.5g及び薄めた塩酸(1→2)5mL  
25 を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛(II)紙を黒変す  
26 る。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品1.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶か  
29 すとき、液は無色~微黄色澄明である。

30 (2) 塩化物(1.03) 本品1.5gに水75mLを加え、時々振り  
31 混ぜながら70℃で20分間加温する。冷後、ろ過し、ろ液  
32 25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
33 液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを  
34 加える。(0.014%以下)。

35 (3) 硫酸塩(1.14) (2)で得たろ液25mLに希塩酸1mL及  
36 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
37 比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)。

38 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
40 下)。

41 (5) 銀還元性物質 本品5gを無アルデヒドエタノール  
42 5mLで潤した後、水125mL及び硝酸10mLを加え、更に  
43 0.1mol/L硝酸銀液5mLを正確に加え、遮光して30分間かき  
44 混ぜた後、ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し、ろ過器上の残  
45 留物を水10mLずつで2回洗い、洗液をろ液に合わせる。こ  
46 の液に硫酸アンモニウム鉄(III)試液5mLを加え、0.1mol/Lチ  
47 オシアン酸アンモニウム液で滴定(2.50)するとき、その消

48 費量は4.8mL以上である。

49 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 105℃, 3時間)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

51 定量法 本品約0.15gを精密に量り、水400mLを加えて水浴中  
52 で加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に1000mLとする。  
53 この液5mLを正確に量り、1mol/L塩酸試液10mLを加え、更  
54 に水を加えて正確に100mLとする。この液につき、紫外可  
55 視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長265nm付近  
56 の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する。

57 アセタゾラミド( $C_4H_6N_4O_3S_2$ )の量(mg)= $A/474 \times 200000$

58 貯法

59 保存条件 遮光して保存する。

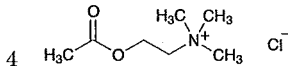
60 容器 密閉容器。

1 注射用アセチルコリン塩化物

1 注射用アセチルコリン塩化物

2 Acetylcholine Chloride for Injection

3 注射用塩化アセチルコリン



5  $C_7H_{16}ClNO_2$  : 181.66

6 2-Acetoxy-*N,N,N*-trimethylethylaminium chloride

7 [60-31-1]

8 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アセチルコ  
10 リン塩化物( $C_7H_{16}ClNO_2$ )98.0～102.0%及び塩素(Cl :  
11 35.45)19.3～19.8%を含み、表示量の93.0～107.0%に対応  
12 するアセチルコリン塩化物( $C_7H_{16}ClNO_2$ )を含む。

13 製法 本品は注射剤の製法により製する。

14 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

15 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす  
16 い。

17 本品は極めて吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
20 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
21 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
22 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
24 呈する。

25 融点(2.60) 149～152℃ 本品及び融点測定用毛细管を  
26 105℃で3時間乾燥し、直ちに融封して測定する。

27 純度試験

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

30 (2) 酸 本品0.10gに新たに煮沸して冷却した水10mLを  
31 加えて溶かし、プロモチモールブルー試液1滴を加え、試料  
32 溶液とする。試料溶液に0.01mol/L水酸化ナトリウム液  
33 0.30mLを加えるとき、液の色は青色である。

34 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
36 下)。

37 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 3時間)。

38 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

39 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

40 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

41 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

42 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
43 適合する。

44 定量法

45 (1) アセチルコリン塩化物 本品10個以上をとり、内容  
46 物の質量を精密に量る。その約0.5gを精密に量り、水15mL  
47 に溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを正確に加え、  
48 ゆるく栓をし、水浴上で30分間加熱し、速やかに冷却し、  
49 過量の水酸化ナトリウムを0.05mol/L硫酸で滴定(2.50)する

50 (指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)。同様の方法で空  
51 試験を行う。

52 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=18.17mg  $C_7H_{16}ClNO_2$

53 (2) 塩素 (1)の滴定終了後の液を更に0.1mol/L硝酸銀液  
54 で滴定(2.50)する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液  
55 3滴)。

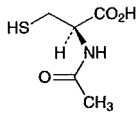
56 0.1mol/L硝酸銀液1mL=3.545mg Cl

57 貯法 容器 密封容器。

## 1 アセチルシステイン

2 Acetylcysteine

3 N-アセチル-L-システイン

5 C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S : 163.19

6 (2R)-2-Acetylamino-3-sulfanylpropanoic acid

7 [616-91-1]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アセチルシ  
9 ステイン(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S)99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

12 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

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

17 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +21.0~+27.0° 本品の換算した乾  
18 燥物約2.5gに対応する量を精密に量り、エチレンジアミン四  
19 酢酸二水素二ナトリウム溶液(1→100)2mL及び水酸化ナト  
20 リウム溶液(1→25)15mLに溶かした後、リン酸二水素カリ  
21 ウム溶液(17→125)500mLに水酸化ナトリウム試液を加えて  
22 pH7.0に調整した後水を加えて1000mLとした液を加えて正  
23 確に50mLとする。この液につき、層長100mmで測定する。

24 融点 (2.60) 107~111°C

25 純度試験

26 (1) 塩化物 (1.03) 本品0.40gを水酸化ナトリウム試液  
27 25mLに溶かし、過酸化水素(30)4mLを加え、水浴中で45分  
28 間加熱後、冷却し、硝酸5mL及び水を加えて50mLとする。  
29 これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
30 0.45mLを加える(0.040%以下)。

31 (2) 硫酸塩 (1.14) 本品0.8gをとり、試験を行う。比較  
32 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.030%以下)。

33 (3) アンモニウム (1.02) 本品0.10gをとり、試験を行う。  
34 比較液にはアンモニウム標準液2.0mLを用いる(0.02%以下)。  
35 ただし、本試験は減圧蒸留法により行う。

36 (4) 重金属 (1.07) 本品1.0gを水40mLに溶かし、水酸化  
37 ナトリウム試液3mL、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとす  
38 る。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液1.0mL  
39 に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)。

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

43 (6) 類縁物質 本品50mgを移動相25mLに溶かし、試料  
44 溶液とする。試料溶液は用時製する。試料溶液10 $\mu$ Lにつき、  
45 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
46 い、各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百  
47 分率法によりそれらの量を求めるとき、アセチルシステイン  
48 以外のピークの面積はそれぞれ0.3%以下である。また、ア

49 セチルシステイン以外のピークの合計面積は0.6%以下であ  
50 る。

51 試験条件

52 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

53 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
54 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
55 リカゲルを充てんする。

56 カラム温度：40°C付近の一定温度

57 移動相：薄めたリン酸(1→2500)/アセトニトリル混液  
58 (19 : 1)59 流量：アセチルシステインの保持時間が約7分になるよ  
60 うに調整する。61 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセチルシステイ  
62 ンの保持時間の約4倍の範囲

63 システム適合性

64 検出の確認：試料溶液1mLを量り、移動相を加えて  
65 10mLとする。この液1mLを量り、移動相を加えて  
66 20mLとし、システム適合性試験用溶液とする。シス  
67 テム適合性試験用溶液5mLを正確に量り、移動相を  
68 加えて正確に25mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たア  
69 セチルシステインのピーク面積が、システム適合性試  
70 験用溶液のアセチルシステインのピーク面積の15~  
71 25%になることを確認する。

72 システムの性能：システム適合性試験用溶液10 $\mu$ Lにつ  
73 き、上記の条件で操作するとき、アセチルシステイン  
74 のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞ  
75 れ15000段以上、1.5以下である。

76 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 $\mu$ Lに  
77 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アセチ  
78 ルシステインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以  
79 下である。

80 (7) 残留溶媒 別に規定する。

81 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 80°C, 3時間)。

82 強熱残分 (2.44) 0.3%以下(1g)。

83 定量法 本品約0.2gを精密に量り、共栓付きフラスコに入れ、  
84 水20mLに溶かし、ヨウ化カリウム4g及び希塩酸5mLを加え、  
85 更に0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え、密栓して氷水  
86 中で20分間暗所に放置した後、過量のヨウ素を0.1mol/Lチ  
87 オ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：デンプン試  
88 液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

89 0.05mol/Lヨウ素液1mL=16.32mg C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S

90 貯法 容器 気密容器。

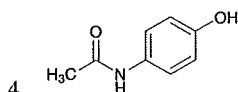


# 1 アセトアミノフェン

## 1 アセトアミノフェン

2 Acetaminophen

3 パラセタモール



5  $C_8H_9NO_2$  : 151.16

6 *N*-(4-Hydroxyphenyl)acetamide

7 [103-90-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アセトアミノフェン  
9 ( $C_8H_9NO_2$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に  
12 やや溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

13 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)  
15 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトル  
16 と本品の参照スペクトル又は乾燥したアセトアミノフェン標  
17 準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一  
18 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

19 融点(2.60) 169~172°C

20 純度試験

21 (1) 塩化物(1.03) 本品4.0gに水100mLを加え、加熱し  
22 て溶かし、氷水中で振り混ぜながら冷却した後、常温になる  
23 まで放置し、水を加えて100mLとし、ろ過する。ろ液25mL  
24 に希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
25 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える  
26 (0.014%以下)。

27 (2) 硫酸塩(1.14) (1)のろ液25mLに希塩酸1mL及び水  
28 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
29 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下)。

30 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (5) 類縁物質 本品50mgをメタノール1mLに溶かし、移  
36 動相を加えて50mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正  
37 確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標準溶液と  
38 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の  
39 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
40 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
41 るとき、試料溶液のアセトアミノフェン以外のピークの合計  
42 面積は、標準溶液のアセトアミノフェンのピーク面積より大  
43 きくない。

44 操作条件

45 検出器：紫外吸光度計(測定波長：225nm)

46 カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に5  
47  $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
48 化シリカゲルを充てんする。

49 カラム温度：40°C付近の一定温度

50 移動相：pH4.7の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
51 /メタノール混液(4：1)

52 流量：アセトアミノフェンの保持時間が約5分になるよ  
53 うに調整する。

54 カラムの選定：本品及び塩酸4-アミノフェノール  
55 0.01gずつをメタノール1mLに溶かし、移動相を加え  
56 て50mLとする。この液1mLをとり、移動相を加えて  
57 10mLとする。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
58 作するとき、4-アミノフェノール、アセトアミノフ  
59 ェンの順に溶出し、その分離度が7以上のものを用い  
60 る。

61 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセトアミノフェ  
62 ンの保持時間の約6倍の範囲

63 検出感度：標準溶液10 $\mu$ Lから得たアセトアミノフェン  
64 のピーク高さがフルスケールの約15%になるように  
65 調整する。

66 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(0.5g, 105°C, 2時間)。

67 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

68 定量法 本品及びアセトアミノフェン標準品を乾燥し、その約  
69 20mgずつを精密に量り、メタノール2mLに溶かし、水を加  
70 えて正確に100mLとする。これらの液3mLずつを正確に量  
71 り、水を加えて正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液  
72 とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外  
73 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長244nmに  
74 おける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

75 アセトアミノフェン( $C_8H_9NO_2$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

76  $M_S$  : アセトアミノフェン標準品の秤取量(mg)

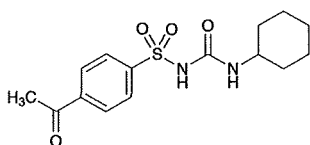
77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 気密容器。

## 1 アセトヘキサミド

## 2 Acetohexamide

3  $C_{15}H_{20}N_2O_4S$  : 324.40

4 4-Acetyl-N-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

5 [968-81-0]

6 本品を乾燥したものは定量するとき、アセトヘキサミド  
7 ( $C_{15}H_{20}N_2O_4S$ )98.0~101.0%を含む。

8 性状 本品は白色~帯黄白色の粉末である。

9 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセト  
10 ンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール(99.5)に溶  
11 けにくく、水にほとんど溶けない。

12 融点: 約185°C(分解)。

## 13 確認試験

14 (1) 本品0.10gをメタノール100mLに溶かす。この液5mL  
15 に0.5mol/L塩酸試液20mL及びメタノール75mLを加え、試  
16 料溶液(1)とする。試料溶液(1)につき、メタノールを対照と  
17 して紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
18 測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較  
19 するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強  
20 度の吸収を認める。また、試料溶液(1)10mLを正確に量り、  
21 メタノールを加えて正確に50mLとし、試料溶液(2)とする。  
22 試料溶液(2)につき、メタノールを対照として紫外可視吸光  
23 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のス  
24 pektルと本品の参照スペクトル2を比較するとき、両者の  
25 spektルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。  
26 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
27 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
28 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
29 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

## 30 純度試験

31 (1) 塩化物(1.03) 本品1.5gを*N,N*-ジメチルホルムア  
32 ミド40mLに溶かし、希硝酸6mL及び*N,N*-ジメチルホルム  
33 アミドを加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
34 比較液は0.01mol/L塩酸0.45mLに希硝酸6mL及び*N,N*-ジ  
35 メチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.011%以下)。

36 (2) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gを*N,N*-ジメチルホルムア  
37 ミド40mLに溶かし、希塩酸1mL及び*N,N*-ジメチルホルム  
38 アミドを加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
39 比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに希塩酸1mL及び*N,N*-ジ  
40 メチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.010%以下)。

41 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
42 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
43 下)。

## 44 類縁物質

45 (i) シクロヘキシルアミン 本品1.0gを正確に量り、  
46 0.5mol/L水酸化ナトリウム試液30mLを正確に加えて溶かし、  
47

48 ヘキササン5mLを正確に加えて60分間激しく振り混ぜた後、5  
49 分間放置する。上層液をとり、試料溶液とする。別にシクロ  
50 ヘキシルアミン50mgを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリ  
51 ウム試液に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確  
52 に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に300  
53 mLとする。この液30mLを正確に量り、ヘキササン5mLを正  
54 確に加えて60分間激しく振り混ぜた後、5分間放置する。上  
55 層液をとり、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2μLず  
56 つを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー  
57 (2.02)により試験を行う。それぞれの液のシクロヘキシル  
58 アミンのピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料  
59 溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積は、標準溶液のシ  
60 クロヘキシルアミンのピーク面積より大きくない。

## 61 試験条件

62 検出器: 水素炎イオン化検出器

63 カラム: 内径0.53mm, 長さ30mの石英管の内面にガス  
64 クロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを厚  
65 さ1.5μmで被覆する。

66 カラム温度: 90°C付近の一定温度

67 注入口温度: 150°C付近の一定温度

68 検出器温度: 210°C付近の一定温度

69 キャリヤーガス: ヘリウム

70 流量: シクロヘキシルアミンの保持時間が約4分になる  
71 ように調整する。

72 スプリット比: 1:1

## 73 システム適合性

74 システムの性能: 標準溶液2μLにつき、上記の条件で操  
75 作するとき、シクロヘキシルアミンのピークの理論段  
76 数は8000段以上である。77 システムの再現性: 標準溶液2μLにつき、上記の条件で  
78 試験を6回繰り返すとき、シクロヘキシルアミンのピ  
79 ーク面積の相対標準偏差は5%以下である。

80 (ii) ジシクロヘキシルウレア 本品1.0gを正確に量り、  
81 0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加えて溶かし、  
82 メタノール20mLを正確に加えて振り混ぜ、更に薄めた塩酸  
83 (1→10)5mLを正確に加えて15分間激しく振り混ぜ、遠心分  
84 離する。上澄液10mL以上をとり、孔径0.5μm以下のメンブ  
85 ランフィルターでろ過する。初めのろ液5mLを除き、次の  
86 ろ液を試料溶液とする。別にジシクロヘキシルウレア50mg  
87 を正確に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。  
88 この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100  
89 mLとする。この液20mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナ  
90 トリウム試液10mLを正確に加えて振り混ぜ、更に薄めた塩  
91 酸(1→10)5mLを正確に加えて振り混ぜ、標準溶液とする。  
92 試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で  
93 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
94 れの液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積を自動積分法  
95 により測定するとき、試料溶液のジシクロヘキシルウレアの  
96 ピーク面積は、標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク  
97 面積より大きくない。

## 98 試験条件

99 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

100 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm  
101 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

## 2 アセトヘキサミド

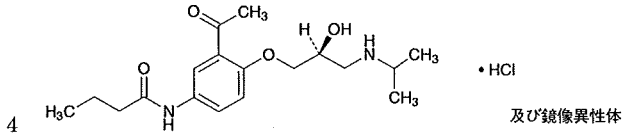
- 102 リカゲルを充てんする。  
103 カラム温度：25℃付近の一定温度  
104 移動相：水酸化ナトリウム0.5gを0.05mol/Lリン酸二水  
105 素ナトリウム試液1000mLに溶かし、0.5mol/L水酸化  
106 ナトリウム試液でpHを6.5に調整する。この液500  
107 mLにアセトニトリル500mLを加える。  
108 流量：ジシクロヘキシルウレアの保持時間が約10分に  
109 なるように調整する。  
110 システム適合性  
111 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
112 操作するとき、ジシクロヘキシルウレアのピークの理  
113 論段数は10000段以上である。  
114 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
115 で試験を6回繰り返すとき、ジシクロヘキシルウレア  
116 のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。  
117 (iii) その他の類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶か  
118 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトン  
119 を加えて正確に20mLとする。この液1mLずつを正確に量り、  
120 アセトンを加えて正確に10mL及び25mLとし、標準溶液(1)  
121 及び標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマト  
122 グラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液、標準溶液  
123 (1)及び標準溶液(2)10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シ  
124 リカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットす  
125 る。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)/シク  
126 ロヘキサン混液(6 : 2 : 1 : 1)を展開溶媒として約10cm展開  
127 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を  
128 照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポット  
129 は、標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく、標準溶液  
130 (2)から得たスポットより濃いスポットは4個以下である。  
131 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 4時間)。  
132 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。  
133 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
134 チルホルムアミド30mLに溶かし、水10mLを加えた後、  
135 0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定  
136 法)。別に*N,N*-ジメチルホルムアミド30mLに水19mLを加  
137 えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。  
138 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=32.44mg C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S  
139 貯法 容器 密閉容器。

1 アセプトロール塩酸塩

1 アセプトロール塩酸塩

2 Acebutolol Hydrochloride

3 塩酸アセプトロール



5  $\text{C}_{18}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$  : 372.89

6 *N*-{3-Acetyl-4-[(2*RS*)-2-hydroxy-

7 3-(1-methylethyl)aminopropoxy]phenyl}butanamide

8 monohydrochloride

9 [34381-68-5]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、アセプトロール塩酸  
11 塩( $\text{C}_{18}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$ )98.0~102.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水、メタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に  
14 溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、  
18 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
19 し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較する  
20 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
21 収を認める。

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

26 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応 (1.09) を  
27 呈する。

28 融点 (2.60) 141~145°C

29 純度試験

30 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (3) 類縁物質 本品40mgをメタノール2mLに溶かし、試  
36 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
37 えて正確に25mLとする。この液1mLを正確に量り、メタノ  
38 ールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これらの  
39 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行  
40 う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
41 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次  
42 に水/1-ブタノール/酢酸(100)混液(5:4:1)の上層を展  
43 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
44 に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液から得た  
45 主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットよ  
46 り濃くない。

47 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(0.5g, 105°C, 3時間)。

48 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、酢酸  
50 (100)20mLに溶かし、無水酢酸80mLを加え、0.1mol/L過塩  
51 素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
52 を行い、補正する。

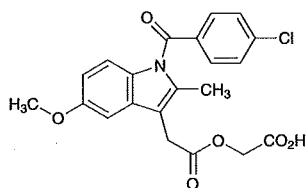
53 0.1mol/L過塩素酸1mL=37.29mg  $\text{C}_{18}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$

54 貯法 容器 密閉容器。

1 アセメタシン

1 アセメタシン

2 Acemetacin



3

4  $C_{21}H_{18}ClNO_6$  : 415.82

5 2-{2-[1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1H-

6 indol-3-yl]acetyloxy}acetic acid

7 [53164-05-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アセメタシン  
9 ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品はアセトンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶け  
12 にくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶け  
13 ない。

14 確認試験

15 (1) 本品1mgに濃クロモトロープ酸試液1mLを加え、水  
16 浴中で5分間加熱するとき、液の色は赤紫色を呈する。

17 (2) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視  
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
19 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
20 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
21 る。

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

26 (4) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
27 色を呈する。

28 融点(2.60) 151~154°C

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品0.40gをアセトン10mLに溶かし、試  
34 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
35 て正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトン  
36 を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
37 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
38 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
39 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
40 する。次にヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/酢酸  
41 (100)混液(3:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
42 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
43 とき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以  
44 下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

45 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

46 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

47 定量法 本品を乾燥し、その約0.35gを精密に量り、アセトン  
48 20mLに溶かし、水10mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウ  
49 ム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
50 を行い、補正する。

51 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=41.58mg  $C_{21}H_{18}ClNO_6$

52 貯法 容器 気密容器。

1 アセメタシンカプセル

1 アセメタシンカプセル

2 Acemetacin Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>: 415.82)を含む。

5 製法 本品は「アセメタシン」をとり、カプセル剤の製法によ  
6 り製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い  
8 「アセメタシン」0.1gに対応する量を取り、メタノール  
9 100mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLを  
10 とり、メタノールを減圧で留去する。残留物にメタノール  
11 1mLを加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試  
12 料溶液とする。別にアセメタシン10mgをメタノール1mLに  
13 溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマト  
14 グラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶  
15 液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤  
16 入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサ  
17 ン/4-メチル-2-ペンタノン/酢酸(100)混液(3:2:1)を  
18 展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。こ  
19 れに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液及び標  
20 準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

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

23 本品1個をとり、内容物を取り出し、メタノール40mLを  
24 加えてよく振り混ぜた後、1mL中にアセメタシン  
25 (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)約0.6mgを含む液となるようにメタノールを  
26 加えて正確にV mLとする。この液をろ過し、初めのろ液  
27 10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、内標準溶液2mL  
28 を正確に加え、メタノールを加えて50mLとし、試料溶液と  
29 する。以下定量法を準用する。

30 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の量(mg)

31  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

32 M<sub>S</sub>: 定量用アセメタシンの秤取量(mg)

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

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

38 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
39 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
40 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
41 正確に量り、表示量に従い1mL中にアセメタシン  
42 (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)約33μgを含む液となるように試験液を加えて  
43 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用アセメタ  
44 シンを105℃で2時間乾燥し、その約17mgを精密に量り、試  
45 験液に溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確に  
46 量り、試験液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。  
47 試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
48 (2.24) により試験を行い、波長319nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
49 びA<sub>S</sub>を測定する。

50 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

51  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

52 M<sub>S</sub>: 定量用アセメタシンの秤取量(mg)

53 C: 1カプセル中のアセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の表示量  
54 (mg)

55 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
56 を精密に量り、粉末とする。アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)約  
57 30mgに対応する量を精密に量り、メタノール40mLを加え  
58 てよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に50mLとす  
59 る。この液をろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
60 5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、メタノ  
61 ールを加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用アセ  
62 メタシンを105℃で2時間乾燥し、その約30mgを精密に量り、  
63 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正  
64 確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、メタノールを加  
65 えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
66 20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
67 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアセメタ  
68 シンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

69 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

70 M<sub>S</sub>: 定量用アセメタシンの秤取量(mg)

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

73 試験条件

74 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

75 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
76 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
77 リカゲルを充てんする。

78 カラム温度: 40℃付近の一定温度

79 移動相: 酢酸(100)6gに水を加えて1000mLとした液に、  
80 酢酸ナトリウム三水合物1.36gを水100mLに溶かした  
81 液を加えてpH3.2に調整する。この液200mLにアセ  
82 トニトリル300mLを加える。

83 流量: アセメタシンの保持時間が約7分になるように調  
84 整する。

85 システム適合性

86 システムの性能: アセメタシン75mg及びインドメタシ  
87 ン75mgをメタノール50mLに溶かす。この液2mLに  
88 内標準溶液2mLを加え、更にメタノールを加えて  
89 50mLとする。この液20μLにつき、上記の条件で操  
90 作するとき、アセメタシン、インドメタシン、内標準  
91 物質の順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及  
92 びインドメタシンと内標準物質の分離度はそれぞれ3  
93 以上である。

94 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
95 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
96 に対するアセメタシンのピーク面積の比の相対標準偏  
97 差は1.0%以下である。

98 貯法 容器 気密容器。

## 1 アセメタシン錠

## 2 Acemetacin Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>: 415.82)を含む。

5 製法 本品は「アセメタシン」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アセメタシン」  
8 0.1gに対応する量を取り、メタノール100mLを加えてよく  
9 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLをとり、メタノールを  
10 減圧で留去する。残留物をメタノール1mLに溶かし、遠心  
11 分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアセメタシン10mg  
12 をメタノール1mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液  
13 につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
14 試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
15 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
16 する。次にヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/酢酸  
17 (100)混液(3:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
18 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
19 とき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR<sub>F</sub>値は等  
20 しい。

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

23 本品1個をとり、水3mLを加え、錠剤が崩壊するまで振り  
24 混ぜる。次にメタノール15mLを加えて20分間振り混ぜた後、  
25 1mL中にアセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)約1.2mgを含む液とな  
26 るようにメタノールを加えて正確にV mLとする。この液を  
27 遠心分離し、上澄液をろ過し、初めのろ液10mLを除き、次  
28 のろ液5mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、  
29 更にメタノールを加えて50mLとし、試料溶液とする。以下  
30 定量法を準用する。

31 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の量(mg)

$$32 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$$

33 M<sub>S</sub>: 定量用アセメタシンの秤取量(mg)

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

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

39 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
40 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
41 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
42 正確に量り、表示量に従い1mL中にアセメタシン  
43 (C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)約33μgを含む液となるように試験液を加えて  
44 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用アセメタ  
45 シンを105℃で2時間乾燥し、その約17mgを精密に量り、試  
46 験液に溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確に  
47 量り、試験液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。  
48 試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
49 (2.24) により試験を行い、波長319nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
50 びA<sub>S</sub>を測定する。

51 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$52 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

53 M<sub>S</sub>: 定量用アセメタシンの秤取量(mg)

54 C: 1錠中のアセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の表示量(mg)

55 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
56 とする。アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)約0.6gに対応する量を  
57 精密に量り、メタノール120mLを加えて20分間振り混ぜた  
58 後、メタノールを加えて正確に200mLとする。この液を遠  
59 心分離し、上澄液をろ過し、初めのろ液10mLを除き、次の  
60 ろ液2mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、更  
61 にメタノールを加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定  
62 量用アセメタシンを105℃で2時間乾燥し、その約30mgを精  
63 密に量り、メタノールに溶かし、正確に25mLとする。この  
64 液5mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、更に  
65 メタノールを加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
66 及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
67 ー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
68 対するアセメタシンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

69 アセメタシン(C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 20

70 M<sub>S</sub>: 定量用アセメタシンの秤取量(mg)

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

73 試験条件

74 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

75 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm  
76 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
77 リカゲルを充てんする。

78 カラム温度: 40℃付近の一定温度

79 移動相: 酢酸(100)6gに水を加えて1000mLとした液に、  
80 酢酸ナトリウム三水合物1.36gを水100mLに溶かした  
81 液を加えてpH3.2に調整する。この液200mLにアセ  
82 トニトリル300mLを加える。

83 流量: アセメタシンの保持時間が約7分になるように調  
84 整する。

85 システム適合性

86 システムの性能: アセメタシン75mg及びインドメタシ  
87 ン75mgを、メタノール50mLに溶かす。この液4mL  
88 に内標準溶液1mLを加え、更にメタノールを加えて  
89 50mLとする。この液10μLにつき、上記の条件で操  
90 作するとき、アセメタシン、インドメタシン、内標準  
91 物質の順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及  
92 びインドメタシンと内標準物質の分離度は、それぞれ  
93 3以上である。

94 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
95 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
96 に対するアセメタシンのピーク面積の比の相対標準偏  
97 差は1.0%以下である。

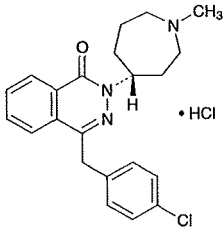
98 貯法 容器 気密容器。

1 アゼラスチン塩酸塩

1 アゼラスチン塩酸塩

2 Azelastine Hydrochloride

3 塩酸アゼラスチン



及び鏡像異性体

4

5 C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl : 418.36

6 4-[(4-Chlorophenyl)methyl]-2-[(4*R,S*)-  
7 (1-methylazepan-4-yl)]phthalazin-1(2*H*)-one  
8 monohydrochloride  
9 [79307-93-0]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、アゼラスチン塩酸塩  
11 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl)99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品はギ酸に溶けやすく、水又はエタノール(99.5)に溶け  
14 にくい。

15 融点：約225℃(分解)。

16 本品の水溶液(1→200)は旋光性を示さない。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(3→100000)につき、紫外可視吸光度測  
19 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
20 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

26 (3) 本品の飽和水溶液10mLに希硝酸1mLを加え、析出し  
27 た結晶をろ過するとき、ろ液は塩化物の定性反応(2) (1.09)  
28 を呈する。

29 純度試験

30 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
32 下)。

33 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (3) 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし、試料  
36 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
37 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
38 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
39 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
40 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアゼラス  
41 チン以外のピーク的面積は、標準溶液のアゼラスチンのピー  
42 ク面積の1/10より大きくない。また、試料溶液のアゼラス  
43 チン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアゼラスチンの  
44 ピーク面積の1/2より大きくない。

45 試験条件

46 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

47 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
48 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
49 リカゲルを充てんする。

50 カラム温度：35℃付近の一定温度

51 移動相：水/アセトニトリル/過塩素酸混液(660 :  
52 340 : 1)

53 流量：アゼラスチンの保持時間が約10分になるように  
54 調整する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアゼラスチンの保  
56 持時間の約2倍の範囲

57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
59 えて正確に50mLとする。この液20μLから得たアゼ  
60 ラスチンのピーク面積が、標準溶液のアゼラスチンの  
61 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

62 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
63 操作するとき、アゼラスチンのピークの理論段数及び  
64 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
65 である。

66 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
67 で試験を6回繰り返すとき、アゼラスチンのピーク面  
68 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

69 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 2時間)。

70 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

71 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、ギ酸5mL  
72 に溶かした後、無水酢酸70mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で  
73 滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
74 補正する。

75 0.1mol/L過塩素酸1mL=41.84mg C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl

76 貯法

77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 気密容器。



## 1 アゼラスチン塩酸塩顆粒

2 Azelastine Hydrochloride Granules

3 塩酸アゼラスチン顆粒

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 アゼラスチン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl: 418.36)を含む。

6 製法 本品は「アゼラスチン塩酸塩」をとり、顆粒剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「アゼラスチン塩酸塩」2mgに  
9 対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液30mLを加え、30分間  
10 超音波処理し、冷後、0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとす  
11 る。この液を遠心分離し、上澄液につき、紫外可視吸光度測  
12 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長283  
13 ~287nmに吸収の極大を示す。

14 溶出性(6.10) 試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリ  
15 ウム緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で  
16 試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は80%以上である。  
17 本品の表示量に従いアゼラスチン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O ·  
18 HCl)約1mgに対応する量を精密に量り、試験を開始し、規  
19 定された時間に溶出液20mL以上をとり、孔径0.5μm以下の  
20 メンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、  
21 次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アゼラスチンを  
22 105℃で2時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、試験液に  
23 溶かし、正確に250mLとする。この液1mLを正確に量り、  
24 試験液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料  
25 溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
26 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
27 液のアゼラスチンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

28 アゼラスチン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl)の表示量に対する  
29 溶出率(%)

$$30 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9 / 5$$

31 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸アゼラスチンの秤取量(mg)

32 M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

33 C: 1g中のアゼラスチン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl)の表  
34 示量(mg)

35 試験条件

36 定量法の試験条件を準用する。

37 システム適合性

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

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

45 定量法 本品のアゼラスチン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl)約  
46 2mgに対応する量を精密に量り、0.1mol/L塩酸試液50mLを  
47 加えて20分間超音波処理し、エタノール(99.5)40mLを加え  
48 た後、内標準溶液5mLを正確に加え、更にエタノール(99.5)  
49 を加えて100mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試  
50 料溶液とする。別に定量用塩酸アゼラスチンを105℃で2時  
51 間乾燥し、その約50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に

52 50mLとする。この液10mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試  
53 液を加えて正確に50mLとする。この液10mLを正確に量り、  
54 0.1mol/L塩酸試液40mL及びエタノール(99.5)40mLを加えた  
55 後、内標準溶液5mLを正確に加え、更にエタノール(99.5)を  
56 加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
57 液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
58 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアゼラ  
59 スチンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

60 アゼラスチン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O · HCl)の量(mg)

$$61 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 25$$

62 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸アゼラスチンの秤取量(mg)

63 内標準溶液 パラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル  
64 0.2gをエタノール(99.5)に溶かし、100mLとする。

65 試験条件

66 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285nm)

67 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
68 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
69 リカゲルを充てんする。

70 カラム温度: 40℃付近の一定温度

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

73 流量: アゼラスチンの保持時間が約6分になるように調  
74 整する。

75 システム適合性

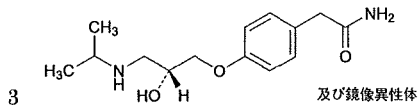
76 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
77 操作するとき、アゼラスチン、内標準物質の順に溶出  
78 し、その分離度は2.0以上である。

79 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
80 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
81 に対するアゼラスチンのピーク面積の比の相対標準偏  
82 差は1.0%以下である。

83 貯法 容器 気密容器。

1 アテノロール

2 Atenolol



4 C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 266.34

5 2-(4-((2*RS*)-2-Hydroxy-3-

6 [(1-methylethylamino)propoxy]phenyl)acetamide

7 [29122-68-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アテノロール  
9 (C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

12 本品のメタノール溶液(1→25)は旋光性を示さない。

14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
18 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
19 る。

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

24 融点 (2.60) 152~156°C

25 純度試験

26 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
27 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
28 下)。

29 (2) 類縁物質 本品50mgを移動相25mLに溶かし、試料  
30 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
31 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
32 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
33 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
34 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアテノ  
35 ロール以外のピーク面積は、標準溶液のアテノロールのピー  
36 ク面積の1/2より大きくない。また、試料溶液のアテノ  
37 ロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のアテノロールの  
38 ピーク面積より大きくない。

39 試験条件

40 検出器：紫外吸光度計(測定波長：226nm)

41 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
42 の液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シ  
43 リカゲルを充てんする。

44 カラム温度：25°C付近の一定温度

45 移動相：リン酸二水素カリウム3.4gを水1000mLに溶か  
46 し、リン酸を加えてpH3.0に調整した液40容量にメ  
47 ノール9容量及びテトラヒドロフラン1容量を加える。  
48 この液1000mLに1-オクタンスルホン酸ナトリウム

49 1g及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム0.4gを溶  
50 かす。

51 流量：アテノロールの保持時間が約8分になるように調  
52 整する。

53 面積測定範囲：アテノロールの保持時間の約4倍の範囲  
54 システム適合性

55 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
56 えて正確に50mLとする。この液10μLから得たアテ  
57 ノロールのピーク面積が、標準溶液から得たアテノ  
58 ロールのピーク面積の14~26%になることを確認する。  
59 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
60 操作するとき、アテノロールのピークの理論段数及び  
61 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
62 である。

63 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、アテノロールのピーク面  
65 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

66 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

67 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

68 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
69 (100)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
70 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

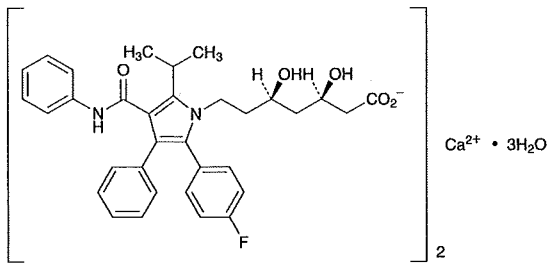
71 0.1mol/L過塩素酸1mL=26.63mg C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

72 貯法 容器 気密容器。

1 アトルバスタチンカルシウム水和物

1 アトルバスタチンカルシウム水和物

2 Atorvastatin Calcium Hydrate



4  $C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10} \cdot 3H_2O : 1209.39$

5 Monocalcium bis((3*R*,5*R*)-7-[2-(4-fluorophenyl)-5-  
6 (1-methylethyl)-3-phenyl-4-(phenylcarbamoyl)-1*H*-pyrrol-1-yl]-  
7 3,5-dihydroxyheptanoate)trihydrate  
8 [344423-98-9]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アトルバスタチンカルシウム ( $C_{66}H_{68}CaF_2N_4O_{10} : 1155.34$ )98.0 ~  
10 102.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品はメタノールに極めて溶けやすく、ジメチルスルホキシドに溶けやすく、水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

16 本品は光によって徐々に黄白色となる。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→62500)につき、紫外可視  
19 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアトルバスタチン  
21 カルシウム標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
22 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに  
23 同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭  
25 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
26 品の参照スペクトル又はアトルバスタチンカルシウム標準品  
27 のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
28 のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペ  
29 クトルに差を認めるときは、別に規定する方法により再結晶  
30 し、結晶をろ取り、乾燥したものに付き、同様の試験を行う。

31 (3) 本品に希塩酸少量を加えてかゆ状としたものは、カル  
32 シウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。また、本品のメタ  
33 ノール/水混液(7 : 3)溶液(1→250)はカルシウム塩の定性反  
34 応(3) (1.09) を呈する。

35 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{25} : -7 \sim -10^\circ$ (脱水物に換算したもの  
36 0.2g, ジメチルスルホキシド, 20mL, 100mm)。

37 純度試験

38 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
40 下)。

41 (2) 類縁物質 本品20mgを水/アセトニトリル混液(1 :  
42 1)20mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
43 り、水/アセトニトリル混液(1 : 1)を加えて正確に100mL  
44 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを

45 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
46 より試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積  
47 分法により測定するとき、試料溶液のアトルバスタチンに対  
48 する相対保持時間約0.8のピーク面積は、標準溶液のアトル  
49 バスタチンのピーク面積の3/10より大きくなく、試料溶液  
50 のアトルバスタチン及び上記以外のピークの面積は、標準溶  
51 液のアトルバスタチンのピーク面積の1/10より大きくない。  
52 また、試料溶液のアトルバスタチン以外のピークの合計面積  
53 は、標準溶液のアトルバスタチンのピーク面積より大きくない。  
54

55 試験条件

56 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

57 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
58 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
59 リカゲルを充てんする。

60 カラム温度：40℃付近の一定温度

61 移動相A：クエン酸一水和物10.5gを水900mLに溶かす。  
62 この液にアンモニア水(28)を加えてpH5.0に調整した  
63 後、水を加えて1000mLとする。この液400mLにア  
64 セトニトリル100mL及びテトラヒドロフラン100mL  
65 を加える。

66 移動相B：アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液  
67 (1 : 1)

68 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
69 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 40	93	7
40 ~ 80	93 → 60	7 → 40

70 流量：アトルバスタチンの保持時間が約16分になるよ  
71 うに調整する。

72 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアトルバスタチン  
73 の保持時間の約5倍の範囲

74 システム適合性

75 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/アセト  
76 ニトリル混液(1 : 1)を加えて正確に100mLとする。  
77 この液20 $\mu$ Lから得たアトルバスタチンのピーク面積  
78 が、標準溶液のアトルバスタチンのピーク面積の3.5  
79 ~6.5%になることを確認する。

80 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、アトルバスタチンのピークの理論段数  
82 及びシンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、1.5  
83 以下である。

84 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
85 で試験を6回繰り返すとき、アトルバスタチンのピー  
86 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

87 (3) 残留溶媒 別に規定する。

88 水分 (2.48) 3.5~5.5%(50mg, 電量滴定法)。

89 定量法 本品及びアトルバスタチンカルシウム標準品(別途本  
90 品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約20mgずつ  
91 を精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液(1 : 1)に  
92 溶かし、内標準溶液10mLを正確に加えた後、水/アセトニ  
93 トリル混液(1 : 1)を加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶

## 2 アトルバスタチンカルシウム水和物

94 液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で  
95 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準  
96 物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の  
97 比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

98 アトルバスタチンカルシウム( $C_{60}H_{68}CaF_2N_4O_{10}$ )の量(mg)  
99  $= M_S \times Q_T / Q_S$

100  $M_S$ : 脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準  
101 品の秤取量(mg)

102 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの水/アセトニト  
103 リル混液(1:1)溶液(1 $\rightarrow$ 1500)

104 試験条件

105 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

106 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
107 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
108 リカゲルを充てんする。

109 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

110 移動相: クエン酸一水和物10.5gを水900mLに溶かす。

111 この液にアンモニア水(28)を加えてpH4.0に調整した  
112 後、水を加えて1000mLとする。この液530mLにア  
113 セトニトリル270mL及びテトラヒドロフラン200mL  
114 を加える。

115 流量: アトルバスタチンの保持時間が約10分になるよ  
116 うに調整する。

117 システム適合性

118 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
119 操作するとき、内標準物質、アトルバスタチンの順に  
120 溶出し、その分離度は5以上である。

121 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
122 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
123 に対するアトルバスタチンのピーク面積の比の相対標  
124 準偏差は1.0%以下である。

125 貯法

126 保存条件 遮光して保存する。

127 容器 密閉容器。

## 1 アトルバスタチンカルシウム錠

## 2 Atorvastatin Calcium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 アトルバスタチンカルシウム水和物(C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・  
5 3H<sub>2</sub>O: 1209.39)を含む。

6 製法 本品は「アトルバスタチンカルシウム水和物」をとり、  
7 錠剤の製法により製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アトルバスタチ  
9 ンカルシウム水和物」10mgに対応する量を取り、メタノ  
10 ル50mLを加え、よく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液  
11 2.5mLにメタノールを加えて50mLとした液につき、紫外可  
12 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定すると  
13 き、波長244~248nmに吸収の極大を示す。

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

16 本品1個をとり、水/メタノール混液(1:1)3V/5 mLを  
17 加え、振り混ぜて崩壊させる。内標準溶液V/10 mLを正確  
18 に加えた後、1mL中にアトルバスタチンカルシウム水和物  
19 (C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・3H<sub>2</sub>O)約0.1mgを含む液となるように水  
20 /メタノール混液(1:1)を加えてV mLとする。この液を遠  
21 心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアトルバスタチ  
22 ンカルシウム標準品(別途「アトルバスタチンカルシウム水和  
23 物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約22mgを  
24 精密に量り、水/メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に  
25 20mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを  
26 正確に加えた後、水/メタノール混液(1:1)を加えて50mL  
27 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、  
28 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
29 い、内標準物質のピーク面積に対するアトルバスタチンのピ  
30 ーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

31 アトルバスタチンカルシウム水和物(C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・  
32 3H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
33 
$$=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200 \times 1.047$$

34 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準  
35 品の秤取量(mg)

36 内標準溶液 1,3-ジニトロベンゼンのメタノール溶液(1  
37 →2500)

38 試験条件

39 定量法の試験条件を準用する。

40 システム適合性

41 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、内標準物質、アトルバスタチンの順に  
43 溶出し、その分離度は10以上である。

44 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
45 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
46 に対するアトルバスタチンのピーク面積の比の相対標  
47 準偏差は1.0%以下である。

48 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
49 毎分75回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
50 80%以上である。

51 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液

52 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
53 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
54 正確に量り、表示量に従い1mL中にアトルバスタチンカル  
55 シウム水和物(C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・3H<sub>2</sub>O)約6μgを含む液とな  
56 るように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。  
57 別にアトルバスタチンカルシウム標準品(別途「アトルバス  
58 タチンカルシウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測  
59 定しておく)約60mgを精密に量り、水/メタノール混液(1:  
60 1)に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
61 り、水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量  
62 り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶  
63 液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体ク  
64 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液  
65 のアトルバスタチンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

66 アトルバスタチンカルシウム水和物(C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・  
67 3H<sub>2</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

68 
$$=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 \times 1.047$$

69 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準  
70 品の秤取量(mg)

71 C: 1錠中のアトルバスタチンカルシウム水和物  
72 (C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・3H<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

73 試験条件

74 定量法の試験条件を準用する。

75 システム適合性

76 システムの性能: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
77 操作するとき、アトルバスタチンのピークの理論段数  
78 及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0  
79 以下である。

80 システムの再現性: 標準溶液50μLにつき、上記の条件  
81 で試験を6回繰り返すとき、アトルバスタチンのピー  
82 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

83 定量法 本品20個をとり、水/メタノール混液(1:1)3V/5  
84 mLを加え、振り混ぜて崩壊させる。内標準溶液V/10 mL  
85 を正確に加えた後、1mL中にアトルバスタチンカルシウム  
86 水和物(C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・3H<sub>2</sub>O)約2mgを含む液となるよ  
87 うに水/メタノール混液(1:1)を加えてV mLとし、遠心分  
88 離する。上澄液2.5mLをとり、水/メタノール混液(1:1)を  
89 加えて50mLとし、試料溶液とする。別にアトルバスタチ  
90 ンカルシウム標準品(別途「アトルバスタチンカルシウム水和  
91 物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約44mgを  
92 精密に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、水/メタノ  
93 ル混液(1:1)に溶かして20mLとする。この液2.5mLをとり、  
94 水/メタノール混液(1:1)を加えて50mLとし、標準溶液と  
95 する。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体  
96 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
97 のピーク面積に対するアトルバスタチンのピーク面積の比  
98 Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

99 本品1個中のアトルバスタチンカルシウム水和物  
100 (C<sub>66</sub>H<sub>68</sub>CaF<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>・3H<sub>2</sub>O)の量(mg)

101 
$$=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 400 \times 1.047$$

102 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したアトルバスタチンカルシウム標準

## 2 アトルバスタチンカルシウム錠

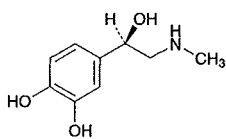
- 103 品の秤取量(mg)
- 104 内標準溶液 1,3-ジニトロベンゼンのメタノール溶液(1  
105 →125)
- 106 試験条件
- 107 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：244nm)
- 108 カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
109 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
110 リカゲルを充てんする。
- 111 カラム温度：30℃付近の一定温度
- 112 移動相：クエン酸一水和物10.5gを水900mLに溶かし，  
113 アンモニア水(28)を加えてpH4.0に調整した後，水を  
114 加えて1000mLとする。この液530mLにアセトニト  
115 リル270mL及びテトラヒドロフラン200mLを加える。
- 116 流量：アトルバスタチンの保持時間が約9分となるよう  
117 に調整する。
- 118 システム適合性
- 119 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
120 操作するとき，内標準物質，アトルバスタチンの順に  
121 溶出し，その分離度は10以上である。
- 122 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
123 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積  
124 に対するアトルバスタチンのピーク面積の比の相対標  
125 準偏差は1.0%以下である。
- 126 貯法 容器 気密容器。

# 1 アドレナリン

## 1 アドレナリン

2 Adrenaline

3 エピネフリン



4

5  $C_9H_{13}NO_3$  : 183.20

6 4-[(1R)-1-Hydroxy-2-(methylamino)ethyl]benzene-1,2-diol

7 [51-43-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アドレナリン  
9 ( $C_9H_{13}NO_3$ )98.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~灰白色の結晶性の粉末である。

11 本品はギ酸又は酢酸(100)に溶けやすく、水に極めて溶け  
12 にくく、メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けな  
13 い。

14 本品は希塩酸に溶ける。

15 本品は空気又は光によって徐々に褐色となる。

### 16 確認試験

17 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき、紫  
18 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
20 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
21 認める。

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

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -50.0~-53.5°(乾燥後, 1g,  
27 1mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

### 28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.10gを希塩酸10mLに溶かすとき、液は  
30 澄明で、液の色は色の比較液Aより濃くない。

31 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
33 下)。

34 (3) アドレナロン 本品50mgを0.05mol/L塩酸試液に溶  
35 かし、正確に25mLとする。この液につき、紫外可視吸光度  
36 測定法(2.24)により試験を行うとき、波長310nmにおける  
37 吸光度は0.2以下である。

38 (4) ノルアドレナリン 本品0.20gをギ酸1mL及びメタノ  
39 ールに溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。別にノ  
40 ルアドレナリン酒石酸水素塩標準品8.0mgをメタノールに溶  
41 かし、正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
42 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
43 料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シ  
44 リカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットす  
45 る。次に1-ブタノール/水/ギ酸混液(7:2:1)を展開溶媒  
46 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにフォ  
47 リン試液を均等に噴霧するとき、標準溶液から得たスポット  
48 に対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液の

49 スポットより濃くない。

50 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 18時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
53 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
54 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=18.32mg  $C_9H_{13}NO_3$

### 56 貯法

57 保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換して保存する。

58 容器 気密容器。

# 1 アドレナリン液

## 1 アドレナリン液

2 Adrenaline Solution

3 エピネフリン液

4 塩酸アドレナリン液

5 塩酸エピネフリン液

6 本品は定量するとき、アドレナリン( $C_9H_{13}NO_3$  :

7 183.20)0.085~0.115w/v%を含む。

8 製法

アドレナリン	1g
塩化ナトリウム	8.5g
薄めた塩酸(9→100)	10mL
安定剤	適量
保存剤	適量
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

9 以上をとり、混和して製する。

10 性状 本品は無色~わずかに赤色を帯びた澄明の液である。

11 本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり、次に褐色  
12 となる。

13 pH : 2.3~5.0

14 確認試験

15 (1) 本品1mLに水4mL及び塩化鉄(III)試液1滴を加えると  
16 き、液は濃緑色を経て、徐々に赤色に変わる。

17 (2) 本品1mLずつを試験管A及びBにとり、AにpH3.5の  
18 フタル酸水素カリウム緩衝液10mLを、BにpH6.5のリン酸  
19 塩緩衝液10mLを加える。それぞれにヨウ素試液1mLずつを  
20 加えて5分間放置した後、チオ硫酸ナトリウム試液2mLずつ  
21 を加えるとき、Aは赤色を呈し、Bは濃赤色を呈する。

22 定量法 本品30mLを正確に量り、分液漏斗に入れ、四塩化炭  
23 素25mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後、放置し、四塩  
24 化炭素層を除き、更にこの操作を3回繰り返す。分液漏斗の  
25 栓及び口は水少量で洗い込む。これにデンプン試液0.2mLを  
26 加え、振り動かしながらヨウ素試液を滴加し、液が持続する  
27 青色に呈したとき、その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナ  
28 トリウム試液を滴加する。次に分液漏斗の口に付着しないよ  
29 うに炭酸水素ナトリウム2.1gを加えて振り混ぜ、大部分の炭  
30 酸水素ナトリウムを溶かし、この液の中に無水酢酸1.0mLを  
31 速やかに注入する。直ちに軽く栓をし、ガスの発生がやむま  
32 で放置した後、激しく振り混ぜ、5分間放置した後、クロロ  
33 ホルム25mLずつで6回抽出する。各クロロホルム抽出液は  
34 毎回脱脂綿を用いてろ過する。全クロロホルム抽出液を合わ  
35 せ、水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して3mLとする。  
36 この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み、  
37 再び加熱して蒸発乾固する。残留物を105°Cで30分間乾燥し、  
38 デシケーター(シリカゲル)中で放冷した後、その質量M(mg)  
39 を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に5mLとする。  
40 この液につき、層長100mmで比旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ を測定  
41 する。

42 アドレナリン( $C_9H_{13}NO_3$ )の量(mg)

43  $= M \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]_D^{20}|) / 93\} \times 0.592$

44 貯法

45 保存条件 遮光して保存する。

46 容器 気密容器。



## 1 アドレナリン注射液

### 1 アドレナリン注射液

2 Adrenaline Injection

3 エピネフリン注射液

4 塩酸アドレナリン注射液

5 塩酸エピネフリン注射液

6 本品は水性の注射剤である。

7 本品は定量するとき、アドレナリン( $C_9H_{13}NO_3$  :  
8 183.20)0.085~0.115w/v%を含む。

9 製法 本品は「アドレナリン」をとり、薄めた「塩酸」(9→  
10 10000)に溶かし、注射剤の製法により製する。

11 性状 本品は無色澄明の液である。

12 本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり、次に褐色  
13 となる。

14 pH : 2.3~5.0

15 確認試験

16 (1) 本品1mLに水4mL及び塩化鉄(III)試液1滴を加えると  
17 き、液は濃緑色を経て、徐々に赤色に変わる。

18 (2) 本品1mLずつを試験管A及びBにとり、AにpH3.5の  
19 フタル酸水素カリウム緩衝液10mLを、BにpH6.5のリン酸  
20 塩緩衝液10mLを加える。それぞれにヨウ素試液1mLずつを  
21 加えて5分間放置した後、チオ硫酸ナトリウム試液2mLずつ  
22 を加えるとき、Aは赤色を呈し、Bは濃赤色を呈する。

23 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

24 定量法 本品30mLを正確に量り、分液漏斗に入れ、四塩化炭  
25 素25mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後、放置し、四塩  
26 化炭素層を除き、更にこの操作を3回繰り返す。分液漏斗の  
27 栓及び口は水少量で洗い込む。これにデンプン試液0.2mLを  
28 加え、振り動かしながらヨウ素試液を滴加し、液が持続する  
29 青色を呈したとき、その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナ  
30 トリウム試液を滴加する。次に分液漏斗の口に付着しないよ  
31 うに炭酸水素ナトリウム2.1gを加えて振り混ぜ、大部分の炭  
32 酸水素ナトリウムを溶かし、この液の中に無水酢酸1.0mLを  
33 速やかに注入する。直ちに軽く栓をし、ガスの発生がやむま  
34 で放置した後、激しく振り混ぜ、5分間放置した後、クロロ  
35 ホルム25mLずつで6回抽出する。各クロロホルム抽出液は  
36 毎回脱脂綿を用いてろ過する。全クロロホルム抽出液を合わ  
37 せ、水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して3mLとする。  
38 この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み、  
39 再び加熱して蒸発乾固する。残留物を105°Cで30分間乾燥し、  
40 デシケーター(シリカゲル)中で放冷した後、その質量M(mg)  
41 を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に5mLとする。  
42 この液につき、層長100mmで比旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ を測定  
43 する。

44 アドレナリン( $C_9H_{13}NO_3$ )の量(mg)

$$45 = M \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]_D^{20}|) / 93\} \times 0.592$$

46 貯法

47 保存条件 遮光して保存する。

48 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

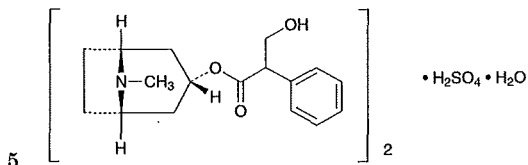
1 アトロピン硫酸塩水和物

1 アトロピン硫酸塩水和物

2 Atropine Sulfate Hydrate

3 アトロピン硫酸塩

4 硫酸アトロピン



6  $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} : 694.83$

7  $(1R,3R,5S)$ -8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl[(2*RS*)-

8 3-hydroxy-2-phenyl]propanoate hemisulfate hemihydrate

9 [5908-99-6]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、アトロピン硫酸塩  
11  $[(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 : 676.82]98.0\%$ 以上を含む。

12 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においは  
13 ない。

14 本品は水又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、エタノール  
15 (95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 融点：188～194℃(分解)。乾燥後、180℃の溶液中に挿入  
17 し、1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける。

18 本品は光によって変化する。

19 確認試験

20 (1) 本品1mgに発煙硝酸3滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、  
21 残留物を*N,N*-ジメチルホルムアミド1mLに溶かし、テト  
22 ラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えると  
23 き、液は赤紫色を呈する。

24 (2) 本品の水溶液(1→50)2mLにテトラクロロ金(III)酸試  
25 液4～5滴を加えるとき、光沢を帯びない黄白色の沈殿を生  
26 じる。

27 (3) 本品の水溶液(1→25)5mLにアンモニア試液2mLを加  
28 えて2～3分間放置した後、析出した結晶をろ取り、水で洗  
29 い、デンケーター(減圧、シリカゲル)で4時間乾燥したもの  
30 の融点(2.60)は115～118℃である。

31 (4) 本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応(1.09)を呈  
32 する。

33 純度試験

34 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
35 明である。

36 (2) 酸 本品1.0gを水20mLに溶かし、0.02mol/L水酸化  
37 ナトリウム液0.30mL及びメチルレッド・メチレンブルー試  
38 液1滴を加えるとき、液の色は緑色である。

39 (3) 類縁物質 本品0.25gを薄めた塩酸(1→10)1mLに溶か  
40 し、水を加えて15mLとし、試料溶液とする。

41 (i) 試料溶液5mLにヘキサクロロ白金(IV)酸試液2～3滴を  
42 加えるとき、沈殿を生じない。

43 (ii) 試料溶液5mLにアンモニア試液2mLを加えて強く振り  
44 混ぜるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

45 比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLに希硝酸6mL及び水を加  
46 えて50mLとし、硝酸銀試液1mLを加え、その7mLをと  
47 り、5分間放置する。

48 (4) ヒヨスチアミン 本品を乾燥し、その約1gを精密に  
49 量り、水に溶かし、正確に10mLとする。この液につき層長  
50 100mmで比旋光度(2.49)を測定するとき、 $[\alpha]_D^{20}$ は-0.60  
51 ～+0.10°である。

52 (5) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.20gをとり、試験を行う。  
53 液の色は色の比較液Aより濃くない。

54 乾燥減量(2.41) 4.0%以下(0.5g、減圧、酸化リン(V)、  
55 110℃、4時間)。

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、酢酸  
58 (100)30mLを加え、必要ならば加温して溶かし、冷後、  
59 0.05mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬：クリスタル  
60 バイオレット試液3滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青  
61 色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を  
62 行い、補正する。

63 0.05mol/L過塩素酸1mL=33.84mg  $(\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。

66 容器 気密容器。

1 アトロピン硫酸塩注射液

1 アトロピン硫酸塩注射液

2 Atropine Sulfate Injection

3 硫酸アトロピン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
6 アトロピン硫酸塩水和物 $[(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$  :  
7 694.83]を含む。

8 製法 本品は「アトロピン硫酸塩水和物」をとり、注射剤の製  
9 法により製する。

10 性状 本品は無色澄明の液である。

11 pH: 4.0～6.0

12 確認試験

13 (1) 本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」1mg  
14 に対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、  
15 「アトロピン硫酸塩水和物」の確認試験(1)を準用する。

16 (2) 本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」5mg  
17 に対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物  
18 をエタノール(95)1mLに溶かし、試料溶液とする。不溶物が  
19 残るときは、残留物を粉碎し、静置後、上澄液を試料溶液と  
20 する。別にアトロピン硫酸塩標準品10mgをエタノール  
21 (95)2mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
22 層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
23 及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
24 ルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/  
25 水/アンモニア水(28)混液(90:7:3)を展開溶媒として約10  
26 cm展開した後、薄層板を80℃で10分間乾燥する。冷後、こ  
27 れに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試  
28 料溶液及び標準溶液から得たスポットは、だいたい色を呈し、  
29 それらの $R_f$ 値は等しい。

30 (3) 本品は硫酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

31 エンドトキシン(4.01) 75EU/mg未満。

32 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

33 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

34 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

35 無菌(4.06) 試験を行うとき、適合する。

36 定量法 本品のアトロピン硫酸塩水和物 $[(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot$   
37  $H_2SO_4 \cdot H_2O]$ 約5mgに対応する容量を正確に量り、内標準  
38 溶液3mLを正確に加えた後、水を加えて50mLとし、試料溶  
39 液とする。別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン  
40 硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定して  
41 おく)約25mgを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとす  
42 る。この液10mLを正確に量り、内標準溶液3mLを正確に加  
43 えた後、水を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
44 及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
45 ィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
46 対するアトロピンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

47 アトロピン硫酸塩水和物 $[(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O]$ の量  
48 (mg)

49 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5 \times 1.027$$

50  $M_S$ : 乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量  
51 (mg)

52 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→1000)

53 試験条件

54 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

55 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
56 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
57 リカゲルを充てんする。

58 カラム温度: 40℃付近の一定温度

59 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム0.4gを薄めたリン酸(1  
60 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
61 でpH3.0に調整する。この液240mLにテトラヒドロ  
62 フラン70mLを加えて混和する。

63 流量: アトロピンの保持時間が約16分になるように調  
64 整する。

65 システム適合性

66 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
67 操作するとき、内標準物質、アトロピンの順に溶出し、  
68 その分離度は3以上である。

69 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
71 に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差  
72 は1.5%以下である。

73 貯法

74 保存条件 遮光して保存する。

75 容器 密封容器。

## 1 亜ヒ酸パスタ

## 2 Arsenical Paste

3 本品は定量するとき、三酸化ヒ素( $\text{As}_2\text{O}_3$ : 197.84)36.0~  
4 44.0%を含む。

## 5 製法

三酸化ヒ素, 細末	40g
プロカイン塩酸塩, 細末	10g
親水軟膏	30g
チョウジ油	適量
薬用炭	適量
全量	100g

6 「三酸化ヒ素」及び「プロカイン塩酸塩」をとり、「親水  
7 軟膏」と混和し、「チョウジ油」を加えて適當の稠度とした  
8 後、「薬用炭」を加えて着色する。

9 性状 本品は灰黒色で、チョウジ油のにおいがある。

## 10 確認試験

11 (1) 本品0.1gを小フラスコにとり、発煙硝酸5mL及び硫  
12 酸5mLを加え、直火で加熱し、反応液が無色となり白煙を  
13 生じたとき、冷却し、注意して水20mL中に加え、温時、硫  
14 化水素試液10mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる(三酸  
15 化ヒ素)。

16 (2) 本品0.5gにジエチルエーテル25mL、希塩酸5mL及び  
17 水20mLを加えてよく振り混ぜた後、水層を分取し、ろ過す  
18 る。ろ液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する(プ  
19 ロカイン塩酸塩)。

20 (3) 本品0.5gにジエチルエーテル25mL及び水25mLを加  
21 えてよく振り混ぜた後、水層を分取し、ろ過し、ろ液を試料  
22 溶液とする。別に塩酸プロカイン0.01gを水5mLに溶かし、  
23 標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィ  
24 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lず  
25 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用  
26 いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタ  
27 ノール(99.5)/アンモニア水(28)混液(50:5:1)を展開溶媒  
28 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外  
29 線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液か  
30 ら得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

31 定量法 本品約0.3gを精密に量り、150mLのケルダールフラ  
32 スコに入れ、発煙硝酸5mL及び硫酸10mLを加えてよく混ぜ、  
33 注意して初め弱く、後に強く加熱する。赤色の酸化窒素ガス  
34 の発生が少なくなったとき、加熱をやめ、冷後、更に発煙硝  
35 酸5mLを加えて再び加熱し、赤色の酸化窒素ガスの発生が  
36 やみ、反応液が澄明になったとき、加熱をやめて放冷する。  
37 次にシュウ酸アンモニウム飽和溶液30mLを加え、再び加熱  
38 して硫酸の白煙が発生してから、更に10分間加熱し、シュ  
39 ウ酸を完全に分解する。冷後、あらかじめ水40mLを入れた  
40 共栓フラスコに無色の反応液を注意して移し、ケルダールフ  
41 ラスコを水60mLでよく洗い、洗液を先の共栓フラスコ中に  
42 加えて放冷する。これにヨウ化カリウム3gを加えて溶かし、  
43 室温で暗所に45分間放置した後、遊離したヨウ素を  
44 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬:  
45 デンプン試液5mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

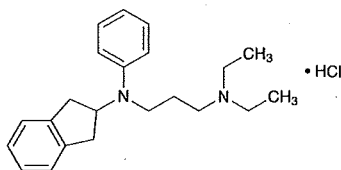
46 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=4.946mg  $\text{As}_2\text{O}_3$

1 アプリンジン塩酸塩

1 アプリンジン塩酸塩

2 Aprindine Hydrochloride

3 塩酸アプリンジン



5 C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub> · HCl : 358.95

6 N-(2,3-Dihydro-1H-inden-2-yl)-N',N'-diethyl-

7 N-phenylpropane-1,3-diamine monohydrochloride

8 [33237-74-0]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アプリンジン塩酸塩  
10 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub> · HCl)98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末であり、味は苦く、  
12 舌を麻痺する。

13 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、  
14 エタノール(99.5)に溶けやすい。

15 本品は光によって徐々に褐色となる。

16 確認試験

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

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

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

28 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは6.4~  
29 7.0である。

30 融点(2.60) 127~131°C

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき、液  
33 は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
34 (2.24)により試験を行うとき、波長420nmにおける吸光度  
35 は0.10以下である。

36 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
38 下)。

39 (3) 類縁物質 本品25mgを移動相10mLに溶かし、試料  
40 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
41 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
42 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
43 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
44 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアプリン  
45 ジン以外のピークの面積は、標準溶液のアプリンジンのピー  
46 ク面積の1/10より大きくない。

47 試験条件

48 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

49 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
50 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
51 リカゲルを充てんする。

52 カラム温度：40°C付近の一定温度

53 移動相：リン酸二水素カリウム3.40gを水500mLに溶か  
54 し、塩酸を加えてpH3.0に調整した液500mLにアセ  
55 トニトリル500mLを加える。

56 流量：アプリンジンの保持時間が約6分になるよう調整  
57 する。

58 面積測定範囲：アプリンジンの保持時間の約4倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
61 えて正確に10mLとする。この液10μLから得たアプ  
62 リンジンのピーク面積が、標準溶液のアプリンジンの  
63 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

64 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、アプリンジンのピークの理論段数及び  
66 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下  
67 である。

68 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、アプリンジンのピーク面  
70 積の相対標準偏差は1.5%以下である。

71 (4) 残留溶媒 別に規定する。

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

73 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

74 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
75 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
76 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

77 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.90mg C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub> · HCl

78 貯法

79 保存条件 遮光して保存する。

80 容器 密閉容器。

1 アプリンジン塩酸塩カプセル

2 Aprindine Hydrochloride Capsules

3 塩酸アプリンジンカプセル

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 アプリンジン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl：358.95)を含む。

6 製法 本品は「アプリンジン塩酸塩」をとり、カプセル剤の製  
7 法により製する。

8 確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定  
9 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長264～  
10 268nm及び271～275nmに吸収の極大を示す。

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

13 本品1個をとり、内容物を取り出し、塩酸の薄めたエタノ  
14 ール(1→2)溶液(1→125)30mLを加え、20分間激しく振り混  
15 ぜた後、1mL中にアプリンジン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)約  
16 0.2mgを含む液となるように塩酸の薄めたエタノール(1→2)  
17 溶液(1→125)を加えて正確にV mLとし、ろ過する。初め  
18 のろ液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量法  
19 を準用する。

20 アプリンジン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の量(mg)  
21  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

22 M<sub>S</sub>：定量用塩酸アプリンジンの秤取量(mg)

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

26 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
27 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
28 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
29 正確に量り、表示量に従い1mL中にアプリンジン塩酸塩  
30 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)約11µgを含む液となるように水を加えて正  
31 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アプ  
32 リンジン60℃で4時間減圧乾燥し、その約28mgを精密に量  
33 り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確  
34 に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試  
35 料溶液及び標準溶液20µLずつを正確にとり、次の条件で液  
36 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれ  
37 の液のアプリンジンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

38 アプリンジン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の表示量に対する溶出  
39 率(%)

40  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

41 M<sub>S</sub>：定量用塩酸アプリンジンの秤取量(mg)

42 C：1カプセル中のアプリンジン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の  
43 表示量(mg)

44 試験条件

45 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5µm  
47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
48 リカゲルを充てんする。

49 カラム温度：40℃付近の一定温度

50 移動相：リン酸二水素カリウム3.40gを水500mLに溶か  
51 し、塩酸を加えてpH3.0に調整した液500mLにアセ  
52 トニトリル500mLを加える。

53 流量：アプリンジンの保持時間が約6分になるよう調整  
54 する。

55 システム適合性

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

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

63 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
64 を精密に量り、粉末とする。アプリンジン塩酸塩  
65 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)約0.1gに対応する量を精密に量り、塩酸の  
66 薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)60mLを加え、20分間  
67 激しく振り混ぜた後、塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1  
68 →125)を加え、正確に100mLとする。この液10mLを正確に  
69 量り、塩酸の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)を加えて  
70 正確に50mLとし、ろ過する。初めのろ液5mLを除き、次の  
71 ろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アプリンジン  
72 を60℃で4時間減圧乾燥し、その約50mgを精密に量り、塩酸  
73 の薄めたエタノール(1→2)溶液(1→125)に溶かし、正確に  
74 50mLとする。この液10mLを正確に量り、塩酸の薄めたエ  
75 タノール(1→2)溶液(1→125)を加えて正確に50mLとし、標  
76 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光  
77 度測定法(2.24)により試験を行い、波長265nmにおける吸  
78 光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

79 アプリンジン塩酸塩(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の量(mg)  
80  $= M_S \times A_T / A_S \times 2$

81 M<sub>S</sub>：定量用塩酸アプリンジンの秤取量(mg)

82 貯法

83 保存条件 遮光して保存する。

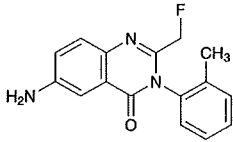
84 容器 気密容器。

1 アフロクアロン

1 アフロクアロン

2 Afloqualone

3 アフロクアロン



4

5 C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>FN<sub>3</sub>O : 283.30

6 6-Amino-2-fluoromethyl-3-(2-tolyl)-3H-quinazolin-4-one

7 [56287-74-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アフロクアロン  
9 (C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>FN<sub>3</sub>O)98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、エタノール  
12 (99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 本品は光によって徐々に着色する。

14 融点：約197℃(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品  
17 のエタノール(99.5)溶液(1→150000)につき、紫外可視吸光  
18 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のス  
19 pektルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のス  
20 pektルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 純度試験

26 (1) 酸又はアルカリ 本品1.0gを遮光した容器にとり、新  
27 たら煮沸して冷却した水20mLを加え、よく振り混ぜた後、  
28 ろ過する。ろ液10mLにプロモチモールブルー試液2滴を加  
29 えると、液は黄色を呈する。これに0.01mol/L水酸化ナト  
30 リウム液0.20mLを加えると、液の色は青色に変わる。

31 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gを白金るつばにとり、第2法  
32 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
33 える(10ppm以下)。

34 (3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて  
35 行う。本品10mgを移動相25mLに溶かし、試料溶液とする。  
36 この液3mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLと  
37 する。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20  
38 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLづつ  
39 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
40 により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動  
41 積分法により測定するとき、試料溶液のアフロクアロン以外  
42 のピークの合計面積は、標準溶液のアフロクアロンのピーク  
43 面積より大きくない。

44 試験条件

45 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
47 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ

48 ゲルを充てんする。

49 カラム温度：40℃付近の一定温度

50 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物7.2gを水  
51 1000mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加えてpH  
52 を5.5に調整する。この液600mLにアセトニトリル  
53 400mLを加える。

54 流量：アフロクアロンの保持時間が約5.5分になるよう  
55 に調整する。

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアフロクアロンの  
57 保持時間の約4倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
60 えて正確に25mLとする。この液20μLから得たアフ  
61 ロクアロンのピーク面積が、標準溶液のアフロクアロ  
62 ンのピーク面積の15～25%になることを確認する。

63 システムの性能：本品0.01gを移動相に溶かし、パラオ  
64 キシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→2000)5mLを  
65 加えた後、移動相を加えて100mLとする。この液20  
66 μLにつき、上記の条件で操作するとき、アフロクア  
67 ロン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、そ  
68 の分離度は4以上である。

69 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、アフロクアロンのピーク  
71 面積の相対標準偏差は5%以下である。

72 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、60℃、2時間)。

73 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g、白金るつば)。

74 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、塩酸10mL  
75 及び水40mLを加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液(3→  
76 10)10mLを加え、15℃以下に冷却した後、0.1mol/L亜硝酸  
77 ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定  
78 (2.50)する。

79 0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL=28.33mg C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>FN<sub>3</sub>O

80 貯法

81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 気密容器。

1 アヘン末

1 アヘン末

2 Powdered Opium

3 OPIUM PULVERATUM

4 本品はケシ *Papaver somniferum* Linné (*Papaveraceae*)か  
5 ら得たあへんを均質な粉末としたもの、又はこれにデンプン  
6 若しくは「乳糖水和物」を加えたものである。

7 本品は定量するとき、モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ : 285.34)9.5  
8 ~10.5%を含む。

9 性状 本品は黄褐色～暗褐色の粉末である。

10 確認試験

11 (1) 本品0.1gに薄めたエタノール(7→10)5mLを加え、10  
12 分間超音波処理した後、薄めたエタノール(7→10)を加えて  
13 10mLとする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別  
14 に「モルヒネ塩酸塩水和物」25mg、「コデインリン酸塩水  
15 和物」12mg、「パパベリン塩酸塩」2mg及び「ノスカピン  
16 塩酸塩水和物」12mgをそれぞれ薄めたエタノール(7→  
17 10)25mLに溶かし、標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)  
18 及び標準溶液(4)とする。これらの液につき、薄層クロマト  
19 グラフィー (2.03)により試験を行う。試料溶液及び各標準  
20 溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用  
21 いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/トルエン/  
22 エタノール(99.5)/アンモニア水(28)混液(20:20:3:  
23 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
24 これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶  
25 液から得たスポットは、標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶  
26 液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞれのスポットと色調及  
27 び $R_f$ 値が等しい(モルヒネ、コデイン、パパベリン、ノスカ  
28 ピン)。

29 (2) 本品0.1gに水5mLを加え、5分間振り混ぜた後、ろ過  
30 する。ろ液に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(3→10)1mL  
31 及び塩化鉄(III)試液1滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐  
32 色を呈する。この液に、直ちにジエチルエーテル5mLを加  
33 えて振り混ぜるとき、ジエチルエーテル層は赤紫色を呈しな  
34 い(メコン酸)。

35 乾燥減量 (2.41) 8.0%以下(1g, 105°C, 5時間)。

36 定量法 本品約5gを精密に量り、乳鉢に入れ、正確に水10mL  
37 を加えてよくすり混ぜ、水酸化カルシウム2g及び正確に水  
38 40mLを加えて20分間かき混ぜた後、ろ過する。ろ液30mL  
39 に硫酸マグネシウム七水和物0.1gを加え、1分間振り混ぜ、  
40 水酸化カルシウム0.3gを加えて1分間振り混ぜ、1時間放置  
41 した後、ろ過する。ろ液20mLを正確に量り、共栓フラスコ  
42 に入れ、ジエチルエーテル10mL及び塩化アンモニウム0.3g  
43 を加え、注意して激しく振り混ぜ、結晶が析出し始めたとき、  
44 振り混ぜ機を用い、30分間振り動かし、5~10°Cで一夜放置  
45 した後、初めジエチルエーテル層を、次に水層を直径7cmの  
46 ろ紙を用いてろ過する。共栓フラスコに付着した結晶をジエ  
47 チルエーテルを飽和した水5mLずつで3回洗い、毎回の洗液  
48 でろ紙上の結晶を洗い、最後にジエチルエーテルを飽和した  
49 水5mLで共栓フラスコの口及びろ紙の上辺を洗う。結晶は  
50 ろ紙と共にビーカーに移し、正確に0.05mol/L硫酸15mLを  
51 量り、この液で共栓フラスコ中の結晶を先のビーカーに洗い  
52 込む。共栓フラスコは水5mLずつで4回洗い、洗液はビーカ

53 一の液に合わせ、過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム  
54 液で滴定 (2.50) する(指示薬:メチルレッド・メチレンブル  
55 ー試液4滴)。

56 0.05mol/L硫酸1mL=28.53mg  $C_{17}H_{19}NO_3$

57 貯法 容器 気密容器。



1 アヘン散

1 アヘン散

2 Diluted Opium Powder

3 本品は定量するとき、モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ : 285.34)0.90  
4 ~1.10%を含む。

5 製法

アヘン末	100g
デンプン又は適当な賦形剤	適量
全量	1000g

6 以上をとり、散剤の製法により製する。本品には「乳糖水  
7 和物」を加えない。

8 性状 本品は淡褐色の粉末である。

9 確認試験

10 (1) 本品1gをとり「アヘン末」の確認試験(1)を準用する。

11 (2) 本品1gをとり「アヘン末」の確認試験(2)を準用する。

12 定量法 本品約50gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、希エ  
13 タノール250mLを加え、40°Cの水浴中で1時間かき混ぜた後、  
14 ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する。ろ過器上の残留物を先  
15 の共栓フラスコに移し、希エタノール50mLを加え、40°Cの  
16 水浴中で10分間かき混ぜた後、先のガラスろ過器を用いて  
17 ろ過し、希エタノール50mLずつを用い、更に3回この操作  
18 を繰り返す。全ろ液を乳鉢に合わせ、水浴上で蒸発乾固し、  
19 残留物にエタノール(99.5)10mLを加え、再び蒸発乾固する。  
20 冷後、正確に水10mLを加えてよくすり混ぜ、以下「アヘン  
21 末」の定量法を準用する。

22 0.05mol/L硫酸1mL=28.53mg  $C_{17}H_{19}NO_3$

23 貯法 容器 気密容器。

1 アヘンチンキ

1 アヘンチンキ

2 Opium Tincture

3 本品は定量するとき、モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ : 285.34)0.93  
4 ~1.07w/v%を含む。

5 製法

アヘン末	100g
35vol%エタノール	適量
全量	1000mL

6 以上をとり、チンキ剤の製法により製する。ただし、  
7 35vol%エタノールの代わりに「エタノール」、及び「精製  
8 水」又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することがで  
9 きる。

10 性状 本品は暗赤褐色の液である。

11 本品は光によって変化する。

12 確認試験

13 (1) 本品1mLに薄めたエタノール(7→10)を加えて10mL  
14 とする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。以下「ア  
15 ヘン末」の確認試験(1)を準用する。

16 (2) 本品1mLを水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、  
17 「アヘン末」の確認試験(2)を準用する。

18 アルコール数 (1.01) 3.5以上(第1法)。

19 定量法 本品50mLを正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、残留  
20 物にエタノール(99.5)10mLを加え、再び蒸発乾固する。冷  
21 後、正確に水10mLを加えてよくすり混ぜ、以下「アヘン  
22 末」の定量法を準用する。

23 0.05mol/L硫酸1mL=28.53mg  $C_{17}H_{19}NO_3$

24 貯法

25 保存条件 遮光して保存する。

26 容器 気密容器。

1 アヘンアルカロイド塩酸塩

1 アヘンアルカロイド塩酸塩

2 Opium Alkaloids Hydrochlorides

3 塩酸アヘンアルカロイド

4 オピアル

5 本品はアヘン中の数種の主要なアルカロイドの塩酸塩であ  
6 る。

7 本品は定量するとき、モルヒネ(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>: 285.34)47.0  
8 ~52.0%及び他のアルカロイド35.0~41.0%を含む。

9 性状 本品は白色~淡褐色の粉末である。

10 本品は水にやや溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにく  
11 い。

12 本品は光によって着色する。

13 確認試験

14 (1) 本品0.1gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし、  
15 試料溶液とする。別に「モルヒネ塩酸塩水和物」60mg、  
16 「ノスカピン塩酸塩水和物」40mg、「コデインリン酸塩水  
17 和物」10mg及び「パパベリン塩酸塩」10mgをそれぞれ薄  
18 めたエタノール(1→2)10mLに溶かし、標準溶液(1)、標準溶  
19 液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする。これらの液につ  
20 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
21 料溶液及び各標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー  
22 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
23 トする。次にアセトン/トルエン/エタノール(99.5)/アン  
24 モニア水(28)混液(20:20:3:1)を展開溶媒として約10cm  
25 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
26 254nm)を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標  
27 準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得  
28 たそれぞれのスポットと色調及びR<sub>f</sub>値が等しい(モルヒネ、  
29 ノスカピン、コデイン及びパパベリン)。

30 (2) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
31 呈する。

32 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.0~  
33 4.0である。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
36 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により波長  
37 420nmの吸光度を測定するとき、0.20以下である。

38 (2) メコン酸 本品0.1gを水2mLに溶かし、あらかじめ  
39 水5mLを通したカラム(55~105μmの前処理用アミノプロピ  
40 ルシリル化シリカゲル約0.36gを内径約1cmのポリエチレン  
41 製のクロマトグラフィー管に注入して調製したものに注入  
42 する。次に水5mL、メタノール5mL、0.1mol/L塩酸10mLの  
43 順にカラムを洗浄し、1mol/L塩酸2mLを通し、溶出液を試  
44 験液とする。試験液に希水酸化ナトリウム試液2mL及び塩  
45 化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

46 乾燥減量(2.41) 6.0%以下(0.5g, 120°C, 8時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.5%以下(0.5g)。

48 定量法 本品約0.1gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mL  
49 とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ約60mgを  
50 精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとし、標準溶液とす  
51 る。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条  
52 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、試

53 料溶液のモルヒネ、コデイン、パパベリン、テバイン、ナル  
54 セイン及びノスカピンのピーク面積A<sub>T1</sub>、A<sub>T2</sub>、A<sub>T3</sub>、A<sub>T4</sub>、  
55 A<sub>T5</sub>及びA<sub>T6</sub>並びに標準溶液のモルヒネのピーク面積A<sub>S</sub>を測  
56 定する。

57 モルヒネ(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × A<sub>T1</sub>/A<sub>S</sub> × 0.887

58 他のアルカロイドの量(mg)

59 =M<sub>S</sub> × {(A<sub>T2</sub>+0.29A<sub>T3</sub>+0.20A<sub>T4</sub>  
60 +0.19A<sub>T5</sub>+A<sub>T6</sub>)/A<sub>S</sub>} × 0.887

61 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

62 ただし、下記の条件で操作するとき、コデイン、パパベリ  
63 ン、テバイン、ナルセイン及びノスカピンのモルヒネに対す  
64 る相対保持時間は以下のとおりである。

成分名	相対保持時間
コデイン	1.1
パパベリン	1.9
テバイン	2.5
ナルセイン	2.8
ノスカピン	3.6

65 試験条件

66 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285nm)

67 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
68 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
69 リカゲルを充てんする。

70 カラム温度: 40°C付近の一定温度

71 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gに薄めたリン酸(1  
72 →1000)500mLを加えて溶かした後、水酸化ナトリウ  
73 ム試液でpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
74 ヒドロフラン70mLを加えて混和する。

75 流量: モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
76 する。

77 システム適合性

78 システムの性能: 「モルヒネ塩酸塩水和物」60mg、  
79 「コデインリン酸塩水和物」10mg、「パパベリン塩  
80 酸塩」10mg及び「ノスカピン塩酸塩水和物」40mg  
81 に水を加えて溶かし、50mLとする。この液20μLに  
82 つき、上記の条件で操作するとき、モルヒネ、コデイ  
83 ン、パパベリン、ノスカピンの順に溶出し、それぞれ  
84 のピークは完全に分離し、モルヒネとコデインの分離  
85 度は1.5以上である。

86 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
87 で試験を6回繰り返すとき、モルヒネのピーク面積の  
88 相対標準偏差は1.0%以下である。

89 貯法

90 保存条件 遮光して保存する。

91 容器 気密容器。

1 アヘンアルカロイド塩酸塩注射液

1 アヘンアルカロイド塩酸塩注射液

2 Opium Alkaloids Hydrochlorides Injection

3 塩酸アヘンアルカロイド注射液

4 オピアル注射液

5 本品は水性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、モルヒネ(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub> : 285.34)0.90

7 ~1.10w/v%を含む。

8 製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

9 以上をとり、注射剤の製法により製する。

10 性状 本品は無色～淡褐色澄明の液である。

11 本品は光によって変化する。

12 pH : 2.5~3.5

13 確認試験 本品1mLにエタノール(99.5)1mLを加えて混和し、

14 試料溶液とする。以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認

15 試験(1)を準用する。

16 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

17 定量法 本品2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加

18 えた後、更に水を加えて50mLとし、試料溶液とする。別に

19 定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り、内標準溶液

20 10mLを正確に加えて溶かした後、更に水を加えて50mLと

21 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、

22 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行

23 い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積

24 の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

25 モルヒネ(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>)の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S \times 0.887$

26  $M_S$  : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

27 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

28 試験条件

29 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 285nm)

30 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m

31 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

32 リカゲルを充てんする。

33 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

34 移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム1.0gに薄めたリン酸(1

35 →1000)500mLを加えて溶かした後、水酸化ナトリウ

36 ム試液でpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ

37 ヒドロフラン70mLを加えて混和する。

38 流量 : モルヒネの保持時間が約10分になるように調整

39 する。

40 システム適合性

41 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

42 操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、

43 その分離度は3以上である。

44 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件

45 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

46 に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は

47 1.0%以下である。

48 貯法

49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

1 アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

2 Opium Alkaloids and Atropine Injection

3 オピオト注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、モルヒネ(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>: 285.34)0.90  
6 ~1.10w/v%及びアトロピン硫酸塩水和物[(C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·  
7 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O: 694.83]0.027~0.033w/v%を含む。

8 製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

9 以上をとり、注射剤の製法により製する。

10 性状 本品は無色～淡褐色澄明の液である。

11 本品は光によって変化する。

12 pH: 2.5~3.5

13 確認試験

14 (1) 本品1mLにエタノール(99.5)1mLを加えて混和し、試  
15 料溶液とする。以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試  
16 験(1)を準用する。

17 (2) 本品2mLにアンモニア試液2mLを加え、ジエチルエ  
18 ーテル10mLで抽出し、ジエチルエーテル層をろ紙でろ過す  
19 る。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノール  
20 (99.5)1mLを加え、加温して溶かす。この液を氷水中で時々  
21 振り混ぜながら30分間放置し、結晶を析出させた後、上澄  
22 液を試料溶液とする。別にアトロピン硫酸塩標準品0.03gを  
23 水100mLに溶かす。この液2mLにつき、試料溶液の調製と  
24 同様に操作して得た液を標準溶液とする。これらの液につき、  
25 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
26 液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリ  
27 カゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノ  
28 ール/アンモニア水(28)混液(200:3)を展開溶媒として約  
29 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンド  
30 ルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個のス  
31 ポットのうち、R<sub>f</sub>値約0.2のスポットは、標準溶液から得た  
32 だいたい色のスポットと色調及びR<sub>f</sub>値が等しい(アトロピン)。

33 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

34 定量法

35 (1) モルヒネ 本品2mLを正確に量り、内標準溶液10mL  
36 を正確に加えた後、更に水を加えて50mLとし、試料溶液と  
37 する。別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り、内標  
38 準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、更に水を加えて  
39 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
40 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
41 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピ  
42 ーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

43 モルヒネ(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>×0.887

44 M<sub>S</sub>:脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

45 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

46 試験条件

47 検出器:紫外吸光度計(測定波長:285nm)

48 カラム:内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
49 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
50 リカゲルを充てんする。

51 カラム温度:40℃付近の一定温度

52 移動相:ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
53 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
54 でpH3.0に調整する。この液240mLにテトラヒドロ  
55 フラン70mLを加えて混和する。

56 流量:モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
57 する。

58 システム適合性

59 システムの性能:標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
60 操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、  
61 その分離度は3以上である。

62 システムの再現性:標準溶液20μLにつき、上記の条件  
63 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
64 に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は  
65 2.0%以下である。

66 (2) アトロピン硫酸塩水和物 本品2mLを正確に量り、  
67 内標準溶液2mLを正確に加え、更に薄めた希塩酸(1→  
68 10)10mLを加える。この液をジクロロメタン10mLずつを用  
69 いて2回振り混ぜ、ジクロロメタン層を除く。水層にアンモ  
70 ニア試液2mLを加え、直ちにジクロロメタン20mLを加え、  
71 激しく振り混ぜた後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウ  
72 ム5gをのせたろ紙を用いてろ過し、ろ液を減圧で蒸発乾固  
73 する。残留物に1,2-ジクロロエタン0.5mL及びピストリメ  
74 チルシリルアセトアミド0.5mLを加え、密栓して60℃の水  
75 浴中で15分間加温し、試料溶液とする。別にアトロピン硫  
76 酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件  
77 で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約30mgを精密に量り、  
78 水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量  
79 り、内標準溶液2mLを正確に加える。以下試料溶液の調製  
80 と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
81 2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)に  
82 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアトロピ  
83 ンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

84 アトロピン硫酸塩水和物[(C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O]の量  
85 (mg)

86 =M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>×1/50×1.027

87 M<sub>S</sub>:乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量  
88 (mg)

89 内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

90 試験条件

91 検出器:水素炎イオン化検出器

92 カラム:内径3mm、長さ1.5mのガラス管にガスクロマ  
93 トグラフィー用50%フェニルメチルシリコーンボ  
94 リマーを180~250μmのガスクロマトグラフィー用ケ  
95 イソウ土に1~3%の割合で被覆したものを充てんす  
96 る。

97 カラム温度:210℃付近の一定温度

98 キャリヤーガス:窒素又はヘリウム

## 2 アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

- 99 流量：アトロピンの保持時間が約5分になるように調整  
100 する。
- 101 システム適合性
- 102 システムの性能：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
103 作するとき、内標準物質、アトロピンの順に流出し、  
104 その分離度は3以上である。
- 105 システムの再現性：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
106 試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
107 対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は  
108 2.0%以下である。
- 109 貯法
- 110 保存条件 遮光して保存する。
- 111 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液  
2 液

3 Opium Alkaloids and Scopolamine Injection  
4 オピスコ注射液

5 本品は水性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ : 285.34)1.80  
7 ~2.20w/v%及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物  
8 ( $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$ : 438.31)0.054~0.066w/v%を含  
9 む。

10 製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	40g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.6g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

11 以上をとり、注射剤の製法により製する。

12 性状 本品は無色~淡褐色澄明の液である。

13 本品は光によって変化する。

14 pH: 2.5~3.5

15 確認試験

16 (1) 本品1mLに水1mL及びエタノール(99.5)2mLを加えて  
17 混和し、試料溶液とする。以下「アヘンアルカロイド塩酸  
18 塩」の確認試験(1)を準用する。

19 (2) 本品1mLに水1mL及びアンモニア試液2mLを加え、  
20 ジエチルエーテル10mLで抽出し、ジエチルエーテル層をろ  
21 紙でろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノ  
22 ール(99.5)1mLを加え、加温して溶かす。この液を氷水中で  
23 時々振り混ぜながら30分間放置し、結晶を析出させた後、  
24 上澄液を試料溶液とする。別にスコポラミン臭化水素酸塩標  
25 準品0.03gを水100mLに溶かす。この液2mLにアンモニア試  
26 液2mLを加える。以下試料溶液の調製と同様に操作して得  
27 た液を標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
28 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
29 10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて  
30 調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/アンモニ  
31 ア水(28)混液(200:3)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
32 薄層板を風乾する。これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴  
33 霧するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち、 $R_f$   
34 値約0.7のスポットは、標準溶液から得ただいだい色のスポ  
35 ットと色調及び $R_f$ 値が等しい(スコポラミン)。

36 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

37 定量法

38 (1) モルヒネ 本品1mLを正確に量り、内標準溶液10mL  
39 を正確に加えた後、更に水を加えて50mLとし、試料溶液と  
40 する。別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り、内標  
41 準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、更に水を加えて  
42 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ L  
43 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
44 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピ  
45 ーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

46 モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ )の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S \times 0.887$

47  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285nm)

カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
リカゲルを充てんする。

カラム温度: 40°C付近の一定温度

移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
→1000)500mLを加えて溶かした後、水酸化ナトリウ  
ム試液でpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
ヒドロフラン70mLを加えて混和する。

流量: モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、  
その分離度は3以上である。

システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は  
2.0%以下である。

(2) スコポラミン臭化水素酸塩水和物 本品2mLを正確  
に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、更に薄めた希塩酸  
(1→10)10mLを加える。この液をジクロロメタン10mLずつ  
を用いて2回振り混ぜ、ジクロロメタン層を除く。水層にア  
ンモニア試液2mLを加え、直ちにジクロロメタン20mLを加  
え、激しく振り混ぜた後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナト  
リウム5gをのせたる紙を用いてろ過し、ろ液を減圧で蒸発  
乾固する。残留物に1,2-ジクロロエタン0.5mL及びピスト  
リメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え、密栓して60°C  
の水浴中で15分間加温し、試料溶液とする。別にスコポラ  
ミン臭化水素酸塩標準品(別途「スコポラミン臭化水素酸塩  
水和物」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約  
60mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
の液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加える。  
以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料  
溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラ  
フィー(2.02)により試験を行い、内標準物質のピーク面積  
に対するスコポラミンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

スコポラミン臭化水素酸塩水和物( $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot$   
3 $H_2O$ )の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/50 \times 1.141$$

$M_S$ : 乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品  
の秤取量(mg)

内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径3mm、長さ1.5mのガラス管にガスクロマ  
トグラフィー用50%フェニルメチルシリコーンポ  
リマーを180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケ  
イソウ土に1~3%の割合で被覆したものを充てんす  
る。

## 2 アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

- 100 カラム温度：210℃付近の一定温度  
101 キャリヤーガス：窒素又はヘリウム  
102 流量：スコポラミンの保持時間が約8分になるように調  
103 整する。  
104 システム適合性  
105 システムの性能：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
106 作するとき、内標準物質、スコポラミンの順に流出し、  
107 その分離度は6以上である。  
108 システムの再現性：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
110 対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差  
111 は2.0%以下である。  
112 貯法  
113 保存条件 遮光して保存する。  
114 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。



# 1 弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

2 射液  
3 Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection  
4 弱オピスコ注射液

5 本品は水性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ : 285.34)0.90  
7 ~1.10w/v%及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物  
8 ( $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$ : 438.31)0.027~0.033w/v%を含  
9 む。

## 10 製法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

11 以上をとり、注射剤の製法により製する。

12 性状 本品は無色～淡褐色澄明の液である。

13 本品は光によって変化する。

14 pH: 2.5~3.5

## 15 確認試験

16 (1) 本品1mLにエタノール(99.5)1mLを加えて混和し、試  
17 料溶液とする。以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試  
18 験(1)を準用する。

19 (2) 本品2mLにアンモニア試液2mLを加え、ジエチルエ  
20 ーテル10mLで抽出し、ジエチルエーテル層をろ紙でろ過す  
21 る。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノール  
22 (99.5)1mLを加え、加温して溶かす。この液を氷水中で時々  
23 振り混ぜながら30分間放置し、結晶を析出させた後、上澄  
24 液を試料溶液とする。別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品  
25 0.03gを水100mLに溶かす。この液2mLにつき、試料溶液の  
26 調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする。これらの液  
27 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
28 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
29 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
30 メタノール/アンモニア水(28)混液(200:3)を展開溶媒とし  
31 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにドラーゲ  
32 ンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た数個  
33 のスポットのうち、 $R_f$ 値約0.7のスポットは、標準溶液から  
34 得ただいたい色のスポットと色調及び $R_f$ 値が等しい(スコポ  
35 ラミン)。

36 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

## 37 定量法

38 (1) モルヒネ 本品2mLを正確に量り、内標準溶液10mL  
39 を正確に加えた後、更に水を加えて50mLとし、試料溶液と  
40 する。別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り、内標  
41 準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、更に水を加えて  
42 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ L  
43 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
44 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピ  
45 ーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

46 モルヒネ( $C_{17}H_{19}NO_3$ )の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S \times 0.887$

47  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

48 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

## 49 試験条件

50 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 285nm)

51 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
52 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
53 リカゲルを充てんする。

54 カラム温度: 40°C付近の一定温度

55 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gに薄めたリン酸(1  
56 →1000)500mLを加えて溶かした後、水酸化ナトリウ  
57 ム試液でpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
58 ヒドロフラン70mLを加えて混和する。

59 流量: モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
60 する。

## 61 システム適合性

62 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
63 操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、  
64 その分離度は3以上である。

65 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
67 に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は  
68 2.0%以下である。

69 (2) スコポラミン臭化水素酸塩水和物 本品4mLを正確  
70 に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、更に薄めた希塩酸  
71 (1→10)10mLを加える。この液をジクロロメタン10mLずつ  
72 を用いて2回振り混ぜ、ジクロロメタン層を除く。水層にア  
73 ンモニア試液2mLを加え、直ちにジクロロメタン20mLを加  
74 え、激しく振り混ぜた後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナト  
75 リウム5gをのせたる紙を用いてろ過し、ろ液を減圧で蒸発  
76 乾固する。残留物に1,2-ジクロロエタン0.5mL及びビスト  
77 リメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え、密栓して60°C  
78 の水浴中で15分間加温し、試料溶液とする。別にスコポラ  
79 ミン臭化水素酸塩標準品(別途「スコポラミン臭化水素酸塩  
80 水和物」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約  
81 60mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
82 の液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加える。  
83 以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料  
84 溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラ  
85 フィー(2.02)により試験を行い、内標準物質のピーク面積  
86 に対するスコポラミンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

87 スコポラミン臭化水素酸塩水和物( $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot$   
88  $3H_2O$ )の量(mg)  
89 = $M_S \times Q_T / Q_S \times 1/50 \times 1.141$

90  $M_S$ : 乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品  
91 の秤取量(mg)

92 内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)

## 93 試験条件

94 検出器: 水素炎イオン化検出器

95 カラム: 内径3mm, 長さ1.5mのガラス管にガスクロマ  
96 トグラフィー用50%フェニルメチルシリコーンポ  
97 リマーを180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケ  
98 イソウ土に1~3%の割合で被覆したものを充てんす  
99 る。

## 2 弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

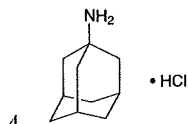
- 100 カラム温度：210℃付近の一定温度  
101 キャリヤーガス：窒素又はヘリウム  
102 流量：スコポラミンの保持時間が約8分になるように調  
103 整する。  
104 システム適合性  
105 システムの性能：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
106 作するとき、内標準物質、スコポラミンの順に流出し、  
107 その分離度は6以上である。  
108 システムの再現性：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
110 対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差  
111 は2.0%以下である。  
112 貯法  
113 保存条件 遮光して保存する。  
114 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 アマンタジン塩酸塩

1 アマンタジン塩酸塩

2 Amantadine Hydrochloride

3 塩酸アマンタジン



5  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$  : 187.71

6 Tricyclo[3.3.1.1<sup>3,7</sup>]dec-1-ylamine monohydrochloride

7 [665-66-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アマンタジン塩酸塩  
9 ( $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

11 本品はギ酸に極めて溶けやすく、水、メタノール又はエタ  
12 ノール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶け  
13 ない。

14 確認試験

15 (1) 本品0.1gにピリジン1mL及び無水酢酸0.1mLを加え、  
16 1分間煮沸して溶かした後、希塩酸10mLを加え、氷水中で  
17 冷却する。析出した結晶をろ取し、水で洗い、105°Cで1時  
18 間乾燥するとき、その融点 (2.60) は147~151°Cである。

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

23 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応 (1.09) を呈  
24 する。

25 pH (2.54) 本品1.0gを水5mLに溶かした液のpHは4.0~6.0  
26 である。

27 純度試験

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

30 (2) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (3) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (4) 類縁物質 本品0.50gを水10mLに溶かし、水酸化ナ  
36 トリウム試液10mL及びクロロホルム10mLを加えて振り混  
37 ぜる。漏斗上に無水硫酸ナトリウム3gをのせた脱脂綿を用  
38 いてクロロホルム層をろ過し、ろ液を試料溶液とする。この  
39 液1mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に100mL  
40 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2μLずつを正  
41 確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) によ  
42 り試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分  
43 法により測定するとき、試料溶液のアマンタジン以外の各々  
44 のピーク面積は、標準溶液のアマンタジンのピーク面積の1  
45 /3より大きくない。また、各々のピークの合計面積は、標  
46 準溶液のアマンタジンのピーク面積より大きくない。

47 操作条件

48 検出器：水素炎イオン化検出器

49 カラム：内径約3mm、長さ約2mのガラス管にガスクロ  
50 マトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類  
51 分枝炭化水素混合物(L)及び水酸化カリウムを150~  
52 180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそ  
53 れぞれ2%及び1%の割合で被覆したものを充てんす  
54 る。

55 カラム温度：125°C付近の一定温度で注入し、5分間保  
56 った後、150°Cになるまで1分間に5°Cの割合で昇温し、  
57 150°C付近の一定温度に15分間保つ。

58 キャリヤーガス：窒素

59 流量：アマンタジンの保持時間が約11分になるように  
60 調整する。

61 カラムの選定：ナフタレン0.15gを試料溶液5mLに溶か  
62 し、クロロホルムを加えて100mLとする。この液  
63 2μLにつき、上記の条件で操作するとき、ナフタレン、  
64 アマンタジンの順に溶出し、その分離度が2.5以上の  
65 ものをを用いる。

66 検出感度：標準溶液2μLから得たアマンタジンのピーク  
67 高さが、フルスケールの約10%になるように調整す  
68 る。

69 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアマンタジンの保  
70 持時間の約2倍の範囲

71 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

72 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

73 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、ギ酸2mL  
74 に溶かし、0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え、水浴上で  
75 30分間加熱する。冷後、酢酸(100)を加えて70mLとし、過  
76 量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定 (2.50) す  
77 る(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

78 0.1mol/L過塩素酸1mL=18.77mg  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$

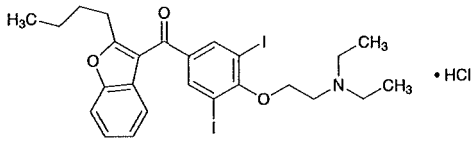
79 貯法 容器 密閉容器。

1 アミオダロン塩酸塩

1 アミオダロン塩酸塩

2 Amiodarone Hydrochloride

3 塩酸アミオダロン



4

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

6 (2-Butylbenzofuran-3-yl){4-[2-(diethylamino)ethoxy]-3,5-

7 diiodophenyl}methanone monohydrochloride

8 [19774-82-4]

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

11 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

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

15 融点：約161℃(分解)。

16 確認試験

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

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

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

28 pH(2.54) 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加  
29 え、80℃に加温して溶かし、冷却した液のpHは3.2~3.8で  
30 ある。

31 純度試験

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

34 比較液(1)：塩化コバルト(II)の色の比較原液1.0mL、塩化  
35 鉄(III)の色の比較原液2.4mL及び硫酸銅(II)の色の比較  
36 原液0.4mLの混液に薄めた塩酸(1→40)を加えて10.0mL  
37 とした液2.5mLをとり、薄めた塩酸(1→40)を加えて  
38 20mLとする。

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

43 (2) ヨウ化物 本品1.50gに水40mLを加え、80℃に加温  
44 して溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、試料原液  
45 とする。この液15mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液1mL  
46 及びヨウ素酸カリウム溶液(107→10000)1mLをそれぞれ正  
47 確に加えた後、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とす

48 る。別に試料原液15mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液  
49 1mL、ヨウ化カリウム溶液(441→5000000)1mL及びヨウ素  
50 酸カリウム溶液(107→10000)1mLをそれぞれ正確に加えた  
51 後、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。また、  
52 別に試料原液15mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液1mLを  
53 正確に加えた後、水を加えて正確に20mLとし、対照液とす  
54 る。試料溶液、標準溶液及び対照液を暗所に4時間放置した  
55 後、試料溶液及び標準溶液につき、対照液を対照とし、紫外  
56 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長  
57 420nmにおける試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度の1  
58 /2より大きくない。

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

62 (4) 類縁物質1 本品0.5gをジクロロメタン5mLに溶かし、  
63 試料溶液とする。別に塩酸(2-クロロエチル)ジエチルアミ  
64 ン10mgをジクロロメタン50mLに溶かし、標準溶液とする。  
65 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
66 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマト  
67 グラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層  
68 板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/ギ酸  
69 混液(17:2:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層  
70 板を風乾する。これに次硝酸ビスマス試液を均等に噴霧した  
71 後、過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、標準溶液から得  
72 たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、  
73 標準溶液から得たスポットより濃くない。

74 (5) 類縁物質2 本品0.125gを水/液体クロマトグラフィー  
75 用アセトニトリル混液(1:1)25mLに溶かし、試料溶液と  
76 する。この液2mLを正確に量り、水/液体クロマトグラフィー  
77 用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとする。  
78 この液1mLを正確に量り、水/液体クロマトグラフィー  
79 用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、  
80 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確に  
81 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
82 を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に  
83 より測定するとき、試料溶液のアミオダロン以外のピークの  
84 面積は、標準溶液のアミオダロンのピーク面積より大きくない。  
85 また、試料溶液のアミオダロン以外のピークの合計面積  
86 は、標準溶液のアミオダロンのピーク面積の2.5倍より大き  
87 くない。

88 試験条件

89 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240nm)

90 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
91 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
92 カゲルを充てんする。

93 カラム温度：30℃付近の一定温度

94 移動相：水800mLに酢酸(100)3.0mLを加え、アンモニ  
95 ア水(28)を加えてpH4.95に調整した後、水を加えて  
96 1000mLとする。この液300mLに液体クロマトグラ  
97 フィー用アセトニトリル400mL及び液体クロマトグラ  
98 フィー用メタノール300mLを加える。

99 流量：アミオダロンの保持時間が約24分になるように  
100 調整する。

101 面積測定範囲：アミオダロンの保持時間の約2倍の範囲

## 2 アミオダロン塩酸塩

- 102 システム適合性
- 103 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/液体ク  
104 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)を加え  
105 て正確に25mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアミオ  
106 ダロンのピーク面積が、標準溶液のアミオダロンのピ  
107 ーク面積の14~26%になることを確認する。
- 108 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 操作するとき、アミオダロンのピークの理論段数及び  
110 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
111 である。
- 112 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
113 で試験を6回繰り返すとき、アミオダロンのピーク面  
114 積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 115 (6) 残留溶媒 別に規定する。
- 116 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧・0.3kPa以下, 50°C, 4  
117 時間)。
- 118 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 119 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、無水酢酸/  
120 酢酸(100)混液(3:1)40mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
121 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
122 補正する。
- 123 0.1mol/L過塩素酸1mL=68.18mg C<sub>25</sub>H<sub>29</sub>I<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>·HCl
- 124 貯法
- 125 保存条件 遮光して保存する。
- 126 容器 気密容器。

## 1 アミオダロン塩酸塩錠

2 Amiodarone Hydrochloride Tablets

3 塩酸アミオダロン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 アミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ; 681.77)を含む。6 製法 本品は「アミオダロン塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。8 確認試験 定量法で得た試料原液1mLに移動相を加えて50mL  
9 とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
10 スペクトルを測定するとき、波長239~243nmに吸収の極大  
11 を示す。12 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと  
13 き、適合する。14 本品1個をとり、移動相160mLを加え、10分間超音波処理  
15 した後、移動相を加えて正確に200mLとし、遠心分離する。  
16 アミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )約1mgに対応する  
17 容量の上澄液V mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
18 50mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アミオダロン  
19 を50°Cで4時間減圧(0.3kPa以下)乾燥し、その約25mgを精  
20 密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとする。この液  
21 2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準  
22 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
23 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
24 い、それぞれの液のアミオダロンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を  
25 測定する。26 アミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)  
27  $= M_S \times A_T / A_S \times 8 / V$ 28  $M_S$ : 定量用塩酸アミオダロンの秤取量(mg)

29 試験条件

30 定量法の試験条件を準用する。

31 システム適合性

32 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
33 操作するとき、アミオダロンのピークの理論段数及び  
34 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
35 である。36 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
37 で試験を6回繰り返すとき、アミオダロンのピーク面  
38 積の相対標準偏差は1.0%以下である。39 溶出性(6.10) 試験液にpH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝  
40 液900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行  
41 うとき、本品の30分間の溶出率は80%以上である。42 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
43 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
44 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
45 正確に量り、表示量に従い1mL中にアミオダロン塩酸塩  
46 ( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )約11 $\mu$ gを含む液となるようにメタノール  
47 を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量  
48 用塩酸アミオダロンを50°Cで4時間減圧(0.3kPa以下)乾燥し、  
49 その約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
50 50mLとする。この液2mLを正確に量り、試験液10mLを正  
51 確に加えた後、メタノールを加えて正確に100mLとし、標52 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液2mL  
53 にメタノールを加えて20mLとした液を対照とし、紫外可視  
54 吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長241nmにおけ  
55 る吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。56 アミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する  
57 溶出率(%)

58  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

59  $M_S$ : 定量用塩酸アミオダロンの秤取量(mg)60 C: 1錠中のアミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )の表  
61 示量(mg)62 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
63 とする。アミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )約50mgに  
64 対応する量を精密に量り、移動相80mLを加え、10分間超音  
65 波処理した後、移動相を加えて正確に100mLとする。この  
66 液を遠心分離し、上澄液を試料原液とする。この液2mLを  
67 正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた後、移動相を  
68 加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アミオ  
69 ダロンを50°Cで4時間減圧(0.3kPa以下)乾燥し、その約  
70 25mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとする。  
71 この液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた  
72 後、移動相を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
73 及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
74 ー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
75 対するアミオダロンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。76 アミオダロン塩酸塩( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)  
77  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$ 78  $M_S$ : 定量用塩酸アミオダロンの秤取量(mg)79 内標準溶液 塩酸クロルヘキシジンの移動相溶液(1 $\rightarrow$   
80 2500)

81 試験条件

82 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 242nm)

83 カラム: 内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
84 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
85 カゲルを充てんする。

86 カラム温度: 50°C付近の一定温度

87 移動相: 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/ラ  
88 ウリル硫酸ナトリウム溶液(1 $\rightarrow$ 50)/リン酸混液  
89 (750: 250: 1)90 流量: アミオダロンの保持時間が約7分になるように調  
91 整する。

92 システム適合性

93 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
94 操作するとき、内標準物質、アミオダロンの順に溶出  
95 し、その分離度は5以上である。96 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
98 に対するアミオダロンのピーク面積の比の相対標準偏  
99 差は1.0%以下である。

100 貯法

101 保存条件 遮光して保存する。

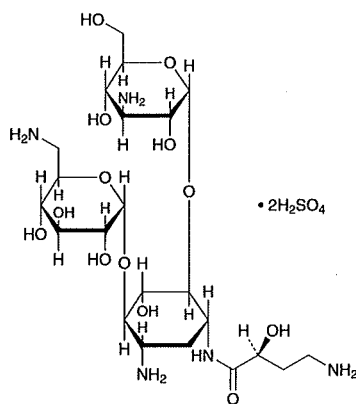
102 容器 気密容器。

1 アミカシン硫酸塩

1 アミカシン硫酸塩

2 Amikacin Sulfate

3 硫酸アミカシン



4

5  $C_{22}H_{43}N_5O_{13} \cdot 2H_2SO_4$  : 781.76

6 3-Amino-3-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)-

7 [6-amino-6-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)]-1-N-

8 [(2S)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine

9 disulfate

10 [39831-55-5]

11 本品は、カナマイシンの誘導体の硫酸塩である。

12 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり691～  
13 791 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アミカシン  
14 ( $C_{22}H_{43}N_5O_{13}$  : 585.60)としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は白色～黄白色の粉末である。

16 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にほとんど  
17 溶けない。

18 確認試験

19 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
20 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
21 本品の参照スペクトル又は乾燥したアミカシン硫酸塩標準品  
22 のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
23 のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品及びアミカシン硫酸塩標準品0.1gずつを水4mL  
25 に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、  
26 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
27 液及び標準溶液2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
28 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/アン  
29 モニア水(28)/メタノール/テトラヒドロフラン混液(1:  
30 1:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
31 乾する。これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に  
32 噴霧した後、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得  
33 た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し、  
34 それらのR値は等しい。

35 (3) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 100)は硫酸塩の定性反応(1)(1.09)  
36 を呈する。

37 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +76～+84 $^{\circ}$ (1g, 水, 100mL,  
38 100mm)。

39 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～  
40 7.5である。

41 純度試験

42 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
44 下)。

45 (2) 類縁物質 本品0.10gを水4mLに溶かし、試料溶液と  
46 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
47 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
48 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
49 2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
50 製した薄層板にスポットする。次に水/アンモニア水(28)/  
51 メタノール/テトラヒドロフラン混液(1:1:1:1)を展開溶  
52 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにニ  
53 ンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後、  
54 100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット  
55 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
56 乾燥減量(2.41) 4.0%以下(1g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 3時間)。

57 定量法 本品及びアミカシン硫酸塩標準品約50mg(力価)に対  
58 応する量を精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に  
59 50mLとする。それぞれの液200 $\mu$ Lずつを正確に栓付き試験  
60 管にとり、ピリジン3mL及び2,4,6-トリニトロベンゼンス  
61 ルホン酸溶液(1 $\rightarrow$ 100)2mLずつを正確に加えて密栓し、  
62 70 $^{\circ}$ Cの水浴中で30分間加温する。冷後、酢酸(100)2mLずつ  
63 を正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
64 標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
65 グラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のアミ  
66 カシン誘導体のピーク高さ $H_T$ 及び $H_S$ を測定する。

67 アミカシン( $C_{22}H_{43}N_5O_{13}$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$68 = M_S \times H_T / H_S \times 1000$$

69  $M_S$  : アミカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

70 試験条件

71 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 340nm)  
72 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
73 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
74 リカゲルを充てんする。

75 カラム温度 : 35 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
76 移動相 : リン酸二水素カリウム2.72gを水800mLに溶か  
77 し、水酸化カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 40)でpHを6.5に調整し  
78 した後、水を加えて1000mLとする。この液280mLに  
79 メタノール720mLを加えて混和する。

80 流量 : アミカシン誘導体の保持時間が約9分になるよう  
81 に調整する。

82 システム適合性

83 システムの性能 : 本品約5mg(力価)及び硫酸カナマイシ  
84 ン約5mg(力価)を水5mLに溶かす。この液200 $\mu$ Lを栓  
85 付き試験管にとり、ピリジン3mL及び2,4,6-トリニ  
86 トロベンゼンスルホン酸溶液(1 $\rightarrow$ 100)2mLを加えて  
87 密栓し、70 $^{\circ}$ Cの水浴中で30分間加温する。冷後、酢  
88 酸(100)2mLを加えた液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
89 作するとき、アミカシン誘導体、カナマイシン誘導体  
90 の順に溶出し、その分離度は5以上である。

91 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
92 で試験を6回繰り返すとき、アミカシン誘導体のピー

2 アミカシン硫酸塩

93 ク高さの相対標準偏差は2.0%以下である.

94 貯法 容器 密封容器.



1 アミカシン硫酸塩注射液

1 アミカシン硫酸塩注射液

2 Amikacin Sulfate Injection

3 硫酸アミカシン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～115.0%に

6 対応するアミカシン( $C_{22}H_{43}N_5O_{13}$  : 585.60)を含む。

7 製法 本品は「アミカシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法によ

8 り製する。

9 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」0.1g(力

11 価)に対応する容量をとり、水を加えて4mLとし、試料溶液

12 とする。別にアミカシン硫酸塩標準品25mg(力価)に対応す

13 る量を取り、水1mLに溶かし、標準溶液とする。以下「ア

14 ミカシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する。

15 浸透圧比 別に規定する。

16 pH (2.54) 6.0～7.5

17 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mg(力価)未満。

18 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

19 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

20 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

21 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

22 適合する。

23 定量法 「アミカシン硫酸塩」約0.1g(力価)に対応する容量を

24 正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。別にアミカ

25 シン硫酸塩標準品の約50mg(力価)に対応する量を精密に量

26 り、水を加えて正確に50mLとする。それぞれの液200 $\mu$ Lず

27 つを正確に栓付き試験管にとり、以下「アミカシン硫酸塩」

28 の定量法を準用する。

29 アミカシン( $C_{22}H_{43}N_5O_{13}$ )の量[mg(力価)]

30  $= M_S \times H_T / H_S \times 2$

31  $M_S$  : アミカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

32 貯法 容器 密封容器。

1 注射用アミカシン硫酸塩

1 注射用アミカシン硫酸塩

2 Amikacin Sulfate for Injection

3 注射用硫酸アミカシン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～115.0%に  
6 対応するアミカシン(C<sub>22</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>13</sub> : 585.60)を含む。

7 製法 本品は「アミカシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法によ  
8 り製する。

9 性状 本品は白色～黄白色の塊又は粉末である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」25mg(力  
11 価)に対応する量を取り、水1mLに溶かし、試料溶液とする。  
12 別にアミカシン硫酸塩標準品25mg(力価)に対応する量をと  
13 り、水1mLに溶かし、標準溶液とする。以下「アミカシン  
14 硫酸塩」の確認試験(2)を準用する。

15 浸透圧比 別に規定する。

16 pH (2.54) 本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」  
17 0.1g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは6.0  
18 ～7.5である。

19 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」  
20 0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かすとき、液は澄明で  
21 ある。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により  
22 試験を行うとき、波長405nmにおける吸光度は0.15以下で  
23 ある。

24 乾燥減量 (2.41) 4.0%以下(1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

25 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mg(力価)未満。

26 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

27 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

28 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

29 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
30 適合する。

31 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
32 「アミカシン硫酸塩」約50mg(力価)に対応する量を精密に  
33 量り、水に溶かし、正確に50mLとする。別にアミカシン硫  
34 酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に  
35 溶かし、正確に50mLとする。それぞれの液200μLずつを正  
36 確に栓付き試験管にとり、以下「アミカシン硫酸塩」の定量  
37 法を準用する。

38 アミカシン(C<sub>22</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>13</sub>)の量[mg(力価)]= $M_S \times H_T / H_S$

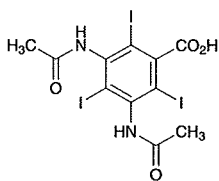
39  $M_S$  : アミカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

40 貯法 容器 密封容器。

1 アミドトリゾ酸

1 アミドトリゾ酸

2 Amidotrizoic Acid



3

4  $C_{11}H_9I_3N_2O_4$  : 613.91

5 3,5-Bis(acetylamino)-2,4,6-triiodobenzoic acid

6 [117-96-4]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アミドトリ  
8 ゾ酸( $C_{11}H_9I_3N_2O_4$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

10 本品はエタノール(95)に溶けにくく、水に極めて溶けにく  
11 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

12 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

13 確認試験

14 (1) 本品0.1gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生す  
15 る。

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

20 純度試験

21 (1) 溶状 本品1.0gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液  
22 10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

23 (2) 芳香族第一アミン 本品0.20gをとり、水5mL及び水  
24 酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし、亜硝酸ナトリウ  
25 ム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り  
26 混ぜ、2分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液  
27 5mLを加えてよく振り混ぜ、1分間放置した後、1-ナフト  
28 ールのエタノール(95)溶液(1→10)0.4mL、水酸化ナトリウ  
29 ム試液15mL及び水を加えて正確に50mLとする。この液に  
30 つき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸  
31 光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長485nmにお  
32 ける吸光度は0.15以下である。

33 (3) 可溶性ハロゲン化物 本品2.5gに水20mL及びアンモ  
34 ニア試液2.5mLを加えて溶かし、更に希硝酸20mL及び水を  
35 加えて100mLとし、時々振り混ぜながら15分間放置した後、  
36 ろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液25mLをネス  
37 ラー管にとり、エタノール(95)を加えて50mLとする。これ  
38 を検液とし、以下塩化物試験法(1.03)を準用する。比較液  
39 は0.01mol/L塩酸0.10mLに希硝酸6mL及び水を加えて25mL  
40 とし、エタノール(95)を加えて50mLとする。

41 (4) ヨウ素 本品0.20gを水酸化ナトリウム試液2.0mLに  
42 溶かし、0.5mol/L硫酸試液2.5mLを加え、時々振り混ぜなが  
43 ら10分間放置した後、クロロホルム5mLを加えてよく振り  
44 混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

45 (5) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
46 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

47 下)。

48 (6) ヒ素(1.11) 本品0.6gをとり、第3法により検液を調  
49 製し、試験を行う(3.3ppm以下)。

50 乾燥減量(2.41) 7.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品約0.5gを精密に量り、けん化フラスコに入れ、水  
53 酸化ナトリウム試液40mLに溶かし、亜鉛粉末1gを加え、還  
54 流冷却器を付けて30分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラス  
55 コ及びろ紙を水50mLで洗い、洗液は先のろ液に合わせる。

56 この液に酢酸(100)5mLを加え、0.1mol/L硝酸銀液で滴定  
57 (2.50)する(指示薬:テトラプロモフェノールフタレインエ  
58 チルエステル試液1mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色  
59 が緑色に変わるときとする。

60 0.1mol/L硝酸銀液1mL=20.46mg  $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

61 貯法

62 保存条件 遮光して保存する。

63 容器 気密容器。

1 アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

1 アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

3 Meglumine Sodium Amidotrizoate Injection

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
6 アミドトリゾ酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 613.91)を含む。

7 製法

(1)

アミドトリゾ酸(無水物として)	471.78g
水酸化ナトリウム	5.03g
メグルミン	125.46g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

(2)

アミドトリゾ酸(無水物として)	597.30g
水酸化ナトリウム	6.29g
メグルミン	159.24g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

8 以上(1)又は(2)をとり、注射剤の製法により製する。

9 性状 本品は無色~微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

10 本品は光によって徐々に着色する。

11 確認試験

12 (1) 本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」1gに対応する  
13 容量をとり、水25mLを加え、よくかき混ぜながら希塩酸  
14 2.5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガラ  
15 スろ過器(G4)で吸引ろ過し、水10mLずつで2回洗った後、  
16 105℃で1時間乾燥する。このものにつき、「アミドトリゾ  
17 酸」の確認試験(2)を準用する。

18 (2) 本品1mLに1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリ  
19 ウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えると  
20 き、液は濃赤色を呈する。

21 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

22 旋光度 (2.49)

23 製法(1)によるもの  $\alpha_D^{20}$ : -1.01~-1.17°(100mm)。

24 製法(2)によるもの  $\alpha_D^{20}$ : -2.91~-3.36°(100mm)。

25 製法(3)によるもの  $\alpha_D^{20}$ : -3.69~-4.27°(100mm)。

26 pH (2.54) 6.0~7.7

27 純度試験

28 (1) 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「アミドトリ  
29 ゾ酸」0.20gに対応する容量をとり、水6mLを加えて混和し  
30 た後、亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸  
31 試液10mLを加えて振り混ぜ、以下「アミドトリゾ酸」の純  
32 度試験(2)を準用する。ただし、吸光度は0.19以下である。

33 (2) ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「アミドト  
34 リゾ酸」0.25gに対応する容量をとり、水を加えて20mLと  
35 し、希硝酸5mLを加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過器(G4)  
36 を用いて吸引ろ過する。ろ液にクロロホルム5mLを加え、  
37 激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は無色である。次に  
38 過酸化水素(30)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき、クロロ  
39 ホルム層は次の比較液より濃くない。

40 比較液: ヨウ化カリウム0.10gを水に溶かし、100mLとす

41 る。この液0.10mLに水20mLを加え、更に希硝酸5mL、  
42 クロロホルム5mL及び過酸化水素(30)1mLを加えて激  
43 しく振り混ぜる。

44 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

45 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

46 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

47 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
48 適合する。

49 定量法 本品のアミドトリゾ酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約0.5gに対応す  
50 る容量を正確に量り、水を加えて正確に200mLとする。こ  
51 の液2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、  
52 水を加えて100mLとし、試料溶液とする。別に定量用アミ  
53 ドトリゾ酸(別途「アミドトリゾ酸」と同様の条件で乾燥減  
54 量(2.41)を測定しておく)約0.25gを精密に量り、メグルミ  
55 ン溶液(3→1000)に溶かし、正確に100mLとする。この液  
56 2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、水  
57 を加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
58 溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
59 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
60 るアミドトリゾ酸のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

61 アミドトリゾ酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$62 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

63  $M_S$ : 乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の秤取量  
64 (mg)

65 内標準溶液 アセトリゾン酸0.06gをメグルミン溶液(3→  
66 1000)に溶かし、100mLとする。

67 試験条件

68 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

69 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
70 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
71 リカゲルを充てんする。

72 カラム温度: 25℃付近の一定温度

73 移動相: リン酸テトラブチルアンモニウム1.7g及びリン  
74 酸水素二カリウム7.0gを水750mLに溶かし、薄めた  
75 リン酸(1→10)を加えてpHを7.0に調整した後、水を加  
76 えて800mLとする。この液にアセトニトリル  
77 210mLを加えて混和する。

78 流量: アミドトリゾ酸の保持時間が約5分になるように  
79 調整する。

80 システム適合性

81 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
82 作するとき、アミドトリゾ酸、内標準物質の順に溶出  
83 し、その分離度は6以上である。

84 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
85 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
86 対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比の相対標準偏  
87 差は1.0%以下である。

88 貯法

89 保存条件 遮光して保存する。

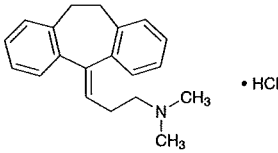
90 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 アミトリプチリン塩酸塩

1 アミトリプチリン塩酸塩

2 Amitriptyline Hydrochloride

3 塩酸アミトリプチリン



5  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$  : 313.86

6 3-(10,11-Dihydro-5H-dibenzo[*a,d*]cyclohepten-5-

7 ylidene)-*N,N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

8 [549-18-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アミトリプチリン塩  
10 酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は無色の結晶又は白色～微黄色の結晶性の粉末で、  
12 味は苦く、麻痺性である。

13 本品は水、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく、  
14 無水酢酸にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶  
15 けない。

16 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である。

17 確認試験

18 (1) 本品5mgを硫酸3mLに溶かすとき、液は赤色を呈す  
19 る。この液に二クロム酸カリウム試液5滴を加えるとき、液  
20 の色は暗褐色に変わる。

21 (2) 本品の水溶液(1→500)1mLに希硝酸0.5mLを加えて酸  
22 性とし、硝酸銀試液1滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

23 (3) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
24 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
25 トルと本品の参照スペクトル又はアミトリプチリン塩酸塩標  
26 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
27 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
28 吸収を認める。

29 融点(2.60) 195～198℃

30 純度試験

31 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
32 明である。

33 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
35 下)。

36 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 2時間)。

37 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

38 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
39 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
40 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
41 補正する。

42 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.39mg  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

43 貯法

44 保存条件 遮光して保存する。

45 容器 気密容器。

1 アミトリプチリン塩酸塩錠

1 アミトリプチリン塩酸塩錠

2 Amitriptyline Hydrochloride Tablets

3 塩酸アミトリプチリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~110.0%に対応する  
5 アミトリプチリン塩酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ ; 313.86)を含む。

6 製法 本品は「アミトリプチリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法  
7 により製する。

8 確認試験

9 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アミトリプチリン塩  
10 酸塩」0.1gに対応する量を取り、クロロホルム10mLを加え  
11 てよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で約2mLにな  
12 るまで濃縮し、液が混濁を生じるまでジエチルエーテルを加  
13 えて放置する。析出した結晶をガラスろ過器(G4)を用いてろ  
14 取し、このものにつき、「アミトリプチリン塩酸塩」の確認  
15 試験(1)及び(2)を準用する。

16 (2) (1)の結晶に水を加えて溶かした液(1→10000)につき、  
17 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
18 するとき、波長238~240nmに吸収の極大を示し、228~  
19 230nmに吸収の極小を示す。

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

22 本品1個をとり、薄めたメタノール(1→2)50mLを加えて  
23 崩壊するまで振り混ぜ、更に薄めたメタノール(1→2)を加  
24 えて正確に100mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、  
25 次のろ液V mLを正確に量り、1mL中にアミトリプチリン塩  
26 酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )約10 $\mu$ gを含む液となるようにメタノ  
27 ールを加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。以下定量  
28 法を準用する。

29 アミトリプチリン塩酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )の量(mg)

30 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 20$$

31  $M_S$ : アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

32 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
33 ル法により毎分50回転で試験を行うとき、本品の60分間の  
34 溶出率は70%以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
37 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
38 確に量り、表示量に従い1mL中にアミトリプチリン塩酸塩  
39 ( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )約11 $\mu$ gを含む液となるように試験液を加  
40 えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にアミトリプチ  
41 リン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し、その約55mgを精  
42 密に量り、試験液に溶かし、正確に250mLとする。この液  
43 5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100mLとし、標  
44 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光  
45 度測定法 (2.24) により試験を行い、波長239nmにおける吸  
46 光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

47 アミトリプチリン塩酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )の表示量に対する

48 溶出率(%)

49 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

50  $M_S$ : アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

51 C: 1錠中のアミトリプチリン塩酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )の表  
52 示量(mg)

53 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
54 とする。アミトリプチリン塩酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )約20mgに  
55 対応する量を精密に量り、薄めたメタノール(1→2)75mLを  
56 加え、30分間振り混ぜた後、薄めたメタノール(1→2)を加  
57 えて正確に100mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、  
58 次のろ液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に  
59 100mLとし、試料溶液とする。別にアミトリプチリン塩酸  
60 塩標準品を105℃で2時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
61 薄めたメタノール(1→2)に溶かし、正確に100mLとする。  
62 この液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に  
63 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
64 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長  
65 239nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

66 アミトリプチリン塩酸塩( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )の量(mg)

67 
$$= M_S \times A_T / A_S$$

68  $M_S$ : アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

69 貯法 容器 気密容器。

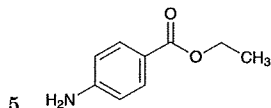
1 アミノ安息香酸エチル

1 アミノ安息香酸エチル

2 Ethyl Aminobenzoate

3 アネスタミン

4 ベンゾカイン



6  $C_9H_{11}NO_2$  : 165.19

7 Ethyl 4-aminobenzoate

8 [94-09-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アミノ安息香酸エチル( $C_9H_{11}NO_2$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
11 味はやや苦く、舌を麻ひする。

12 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすく、  
13 水に極めて溶けにくい。

14 本品は希塩酸に溶ける。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした  
18 液は、芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。

19 (2) 本品0.1gに水5mLを加え、希塩酸を滴加して溶かし、  
20 ヨウ素試液を滴加するとき、褐色の沈殿を生じる。

21 (3) 本品0.05gに酢酸(31)2滴及び硫酸5滴を加えて加温す  
22 るとき、酢酸エチルのにおいを発する。

23 融点(2.60) 89~91°C

24 純度試験

25 (1) 酸 本品1.0gを中和エタノール10mLに溶かし、水  
26 10mL、フェノールフタレイン試液2滴及び0.01mol/L水酸化  
27 ナトリウム液0.50mLを加えるとき、液の色は赤色である。

28 (2) 塩化物 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし、  
29 希硝酸2~3滴及び硝酸銀試液2~3滴を加えるとき、液は直  
30 ちに変化しない。

31 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをエタノール(95)20mLに溶  
32 かし、希酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする。  
33 これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希  
34 酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする(10ppm  
35 以下)。

36 (4) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
37 液の色は色の比較液Aより濃くない。

38 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, シリカゲル, 3時間)。

39 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

40 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、塩酸  
41 10mL及び水70mLを加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液  
42 (3→10)10mLを加え、15°C以下に冷却した後、0.1mol/L亜  
43 硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定  
44 (2.50)する。

45 0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL=16.52mg  $C_9H_{11}NO_2$

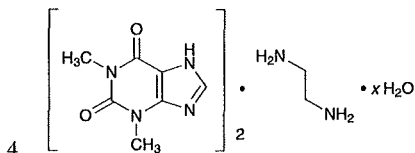
46 貯法 容器 密閉容器。

1 アミノフィリン水和物

1 アミノフィリン水和物

2 Aminophylline Hydrate

3 アミノフィリン



5  $C_{14}H_{16}N_8O_4 \cdot C_2H_8N_2 \cdot xH_2O$

6 1,3-Dimethyl-1H-purine-2,6(3H,7H)-dione

7 hemi(ethylenediamine)hydrate

8 [5877-66-5, 二水和物]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、テオフィリン( $C_7H_8N_4O_2$ : 180.16)84.0~86.0%及びエチレンジアミン( $C_2H_8N_2$ : 60.10)14.0~15.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄色の粒又は粉末で、においはないか、又はわずかにアンモニアのようににおいがあり、味は苦い。

14 本品は水にやや溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品1gに水5mLを加えて振り混ぜるとき、ほとんど溶け、2~3分後、結晶が析出し始める。この結晶は少量のエチレンジアミンを追加するとき溶ける。

19 本品は光によって徐々に変化し、空气中に放置するとき、次第にエチレンジアミンを失う。

21 確認試験

22 (1) 本品0.75gを水30mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液20mLに希塩酸1mLを加えるとき、徐々に沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水から再結晶し、105℃で1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は271~275℃である。

26 (2) (1)の結晶0.1gを水50mLに溶かす。この液2mLにタンニン酸試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じ、更にタンニン酸試液を滴加するとき、沈殿は溶ける。

29 (3) (1)の結晶0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。これをアンモニア試液2~3滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液2~3滴を加えるとき消える。

34 (4) (1)の結晶0.01gを水5mLに溶かし、pH8.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液3mL及び硫酸銅(II)・ピリジン試液1mLを加えて混和した後、クロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

38 (5) (1)の試料溶液5mLに硫酸銅(II)試液2滴を加えるとき、液は紫色を呈し、更に硫酸銅(II)試液1mLを加えるとき、液は青色に変わり、放置するとき、緑色の沈殿を生じる。

41 pH(2.54) 本品1.0gを水25mLに溶かした液のpHは8.0~9.5である。

43 純度試験

44 (1) 溶状 本品1.0gを熱湯10mLに溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

46 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

48 下)。

49 水分(2.48) 7.9%以下(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法

52 (1) テオフィリン 本品約0.25gを精密に量り、水50mL及びアンモニア試液8mLを加え、水浴上で穏やかに加温して溶かす。次に0.1mol/L硝酸銀液20mLを正確に加え、水浴上で15分間加温した後、5~10℃で20分間放置し、沈殿を吸引ろ過し、水10mLずつで3回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希硝酸を加えて中性とし、更に希硝酸3mLを加え、過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定(2.50)する(指示薬: 硫酸アンモニウム鉄(III)試液2mL)。同様の方法で空試験を行う。

61 0.1mol/L硝酸銀液1mL=18.02mg  $C_7H_8N_4O_2$

62 (2) エチレンジアミン 本品約0.5gを精密に量り、水30mLに溶かし、0.1mol/L塩酸で滴定(2.50)する(指示薬: プロモフェノールブルー試液3滴)。

65 0.1mol/L塩酸1mL=3.005mg  $C_2H_8N_2$

66 貯法

67 保存条件 遮光して保存する。

68 容器 気密容器。



## 1 アミノフィリン注射液

## 2 Aminophylline Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、「アミノフィリン水和物」の表示量  
5 の75.0～86.0%に対応するテオフィリン( $C_7H_8N_4O_2$  :  
6 180.16)及び13.0～20.0%に対応するエチレンジアミン  
7 ( $C_2H_8N_2$  : 60.10)を含む。

8 本品の濃度はアミノフィリン二水和物( $C_{16}H_{24}N_{10}O_4 \cdot$   
9  $2H_2O$  : 456.46)の量で表示する。

10 製法 本品は「アミノフィリン水和物」をとり、注射剤の製法  
11 により製する。また、「アミノフィリン水和物」の代わりに  
12 「テオフィリン」に対応量の「エチレンジアミン」を用いて  
13 製することができる。

14 本品には安定剤として「アミノフィリン水和物」1gにつ  
15 き、更に「エチレンジアミン」60mg以下を加えることがで  
16 きる。

17 性状 本品は無色澄明の液で、味はわずかに苦い。

18 本品は光によって徐々に変化する。

19 pH : 8.0～10.0

20 確認試験 本品の表示量に従い「アミノフィリン水和物」  
21 0.75gに対応する容量をとり、水を加えて30mLとする。こ  
22 の液につき、「アミノフィリン水和物」の確認試験を準用す  
23 る。

24 エンドトキシン (4.01) 0.6EU/mg未満。

25 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

26 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

28 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
29 適合する。

## 30 定量法

31 (1) テオフィリン 本品のテオフィリン( $C_7H_8N_4O_2$ )約  
32 39.4mg(「アミノフィリン水和物」約50mg)に対応する容量  
33 を正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とす  
34 る。別に定量用テオフィリンを105℃で4時間乾燥し、その  
35 約40mgを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとし、標  
36 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
37 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
38 い、それぞれの液のテオフィリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を  
39 測定する。

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

41  $M_S$  : 定量用テオフィリンの秤取量(mg)

## 42 試験条件

43 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 270nm)

44 カラム : 内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
45 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
46 カゲルを充てんする。

47 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

48 移動相 : 薄めた酢酸(100)(1→100)/メタノール混液  
49 (4 : 1)

50 流量 : テオフィリンの保持時間が約5分になるように調  
51 整する。

52 システム適合性

53 システムの性能 : 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
54 作するとき、テオフィリンのピークの理論段数及びシ  
55 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下で  
56 ある。

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

60 (2) エチレンジアミン 本品のエチレンジアミン  
61 ( $C_2H_8N_2$ )約30mg(「アミノフィリン水和物」約0.2g)に対  
62 する容量を正確に量り、水を加えて30mLとし、0.1mol/L塩  
63 酸で滴定 (2.50) する(指示薬 : プロモフェノールブルー試液  
64 2～3滴)。

65 0.1mol/L塩酸1mL = 3.005mg  $C_2H_8N_2$

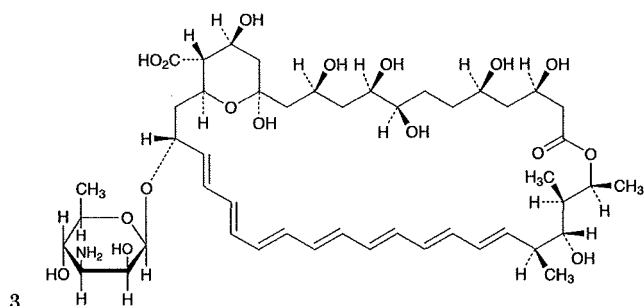
## 66 貯法

67 保存条件 遮光して保存する。

68 容器 密封容器。

## 1 アムホテリシンB

## 2 Amphotericin B

4 C<sub>47</sub>H<sub>73</sub>NO<sub>17</sub> : 924.08

5 (1R,3S,5R,6R,9R,11R,15S,16R,17R,18S,19E,21E,

6 23E,25E,27E,29E,31E,33R,35S,36R,37S)-33-(3-

7 Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-

8 1,3,5,6,9,11,17,37-octahydroxy-15,16,18-trimethyl-13-oxo-

9 14,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-

10 19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

11 [1397-89-3]

12 本品は、*Streptomyces nodosus*の培養によって得られる  
13 抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である。

14 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり  
15 840μg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、アムホテ  
16 リンB(C<sub>47</sub>H<sub>73</sub>NO<sub>17</sub>)としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は黄色～だいたい色の粉末である。

18 本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、水又はエタノ  
19 ール(95)にほとんど溶けない。

## 20 確認試験

21 (1) 本品5mgをジメチルスルホキシド10mLに溶かす。こ  
22 の液1mLにリン酸5mLを加えるとき、2層の間は青色を呈し、  
23 振り混ぜるとき、液は青色を呈する。また、この液に水15  
24 mLを加えて振り混ぜるとき、液は黄色～淡黄褐色を呈する。

25 (2) 本品25mgをジメチルスルホキシド5mLに溶かし、メ  
26 タノールを加えて50mLとする。この液1mLをとり、メタノ  
27 ールを加えて50mLとする。この液につき、紫外可視吸光度  
28 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ  
29 クトルと本品の参照スペクトル又はアムホテリシンB標準品  
30 について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、  
31 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
32 認める。

33 純度試験 アムホテリシンA 本品及びアムホテリシンB標準  
34 品約50mgずつを精密に量り、それぞれジメチルスルホキシ  
35 ド10mLを正確に加えて溶かし、メタノールを加えて正確に  
36 50mLとする。この液4mLずつを正確に量り、メタノールを  
37 加えて正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液(1)とする。  
38 別にナスタチン標準品約20mgを精密に量り、ジメチルス  
39 ルホキシド40mLを正確に加えて溶かし、メタノールを加え  
40 て正確に200mLとする。この液4mLを正確に量り、メタノ  
41 ールを加えて正確に50mLとし、標準溶液(2)とする。これら  
42 の液につき、試料溶液と同様に操作して得た空試験液を対照  
43 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。波

44 長282nm及び304nmにおけるそれぞれの吸光度を測定し、  
45 次式によりアムホテリシンAの量を求めるとき5%以下であ  
46 る。ただし、注射剤以外の製剤に供する場合のアムホテリシ  
47 ンAの量は15%以下である。

48 アムホテリシンAの量(%)

$$49 = \frac{M_S \times \{(A_{Sa1} \times A_{T2}) - (A_{Sa2} \times A_{T1})\} \times 25}{M_T \times \{(A_{Sb1} \times A_{T2}) - (A_{Sb2} \times A_{T1})\}}$$

50 M<sub>S</sub> : ナスタチン標準品の秤取量(mg)51 M<sub>T</sub> : 本品の秤取量(mg)52 A<sub>Sa1</sub> : 標準溶液(1)の282nmにおける吸光度53 A<sub>Sb1</sub> : 標準溶液(2)の282nmにおける吸光度54 A<sub>Sa2</sub> : 標準溶液(1)の304nmにおける吸光度55 A<sub>Sb2</sub> : 標準溶液(2)の304nmにおける吸光度56 A<sub>T1</sub> : 試料溶液の282nmにおける吸光度57 A<sub>T2</sub> : 試料溶液の304nmにおける吸光度

58 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

59 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
60 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

61 (i) 試験菌 *Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763を用  
62 いる。

63 (ii) 培地 培地(1)の2)を用いる。

64 (iii) 円筒カンテン平板の調製 5.基層カンテン平板の調製  
65 を準用する。ただし、底の平らなペトリ皿を用い、基層用カ  
66 ンテン培地は分注せず、種層用カンテン培地の量は8.0mLと  
67 する。

68 (iv) 標準溶液 遮光した容器を用いて調製する。アムホテ  
69 リンB標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、ジ  
70 メチルスルホキシドに溶かして正確に20mLとし、標準原液  
71 とする。標準原液は5°C以下に保存し、24時間以内に使用す  
72 る。用時、標準原液適量を正確に量り、ジメチルスルホキシ  
73 ドを加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を  
74 調製する。この液1mLずつを正確に量り、pH10.5の  
75 0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし、高濃度  
76 標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

77 (v) 試料溶液 遮光した容器を用いて調製する。本品約  
78 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、ジメチルスルホキ  
79 シドに溶かして正確に20mLとし、試料原液とする。試料原  
80 液適量を正確に量り、ジメチルスルホキシドを加えて1mL  
81 中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製する。こ  
82 の液1mLずつを正確に量り、pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝  
83 液を加えて正確に20mLとし、高濃度試料溶液及び低濃度試  
84 料溶液とする。

## 85 貯法

86 保存条件 遮光して、冷所に保存する。

87 容器 気密容器。

## 1 アムホテリシンB錠

### 1 アムホテリシンB錠

#### 2 Amphotericin B Tablets

- 3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～120.0%に  
4 対応するアムホテリシンB(C<sub>47</sub>H<sub>73</sub>NO<sub>17</sub>: 924.08)を含む。
- 5 製法 本品は「アムホテリシンB」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。
- 7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アムホテリシン  
8 B」25mg(力価)に対応する量を取り、ジメチルスルホキシド  
9 5mL及びメタノール45mLを加えて振り混ぜた後、この液  
10 1mLをとり、メタノールを加えて50mLとし、必要ならばろ  
11 過する。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
12 り吸収スペクトルを測定するとき、波長361～365nm、380  
13 ～384nm及び403～407nmに吸収の極大を示す。
- 14 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。た  
15 だし、含量規格の中央値をTとする。
- 16 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.3g, 減圧, 60°C, 3時間)。
- 17 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
18 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。
- 19 (i) 試験菌、培地、円筒カンテン平板の調製及び標準溶液  
20 は、「アムホテリシンB」の定量法を準用する。
- 21 (ii) 試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品  
22 20個以上をとり、質量を精密に量り、粉末とする。「アム  
23 ホテリシンB」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、ジ  
24 メチルスルホキシド約70mLを加えて振り混ぜた後、ジメチ  
25 ルスルホキシドを加えて正確に100mLとする。この液の一  
26 部を遠心分離し、上澄液を試料原液とする。試料原液適量を  
27 正確に量り、ジメチルスルホキシドを加えて、1mL中に  
28 200µg(力価)及び50µg(力価)を含む液を調製する。この液  
29 1mLずつを正確に量り、pH10.5の0.2mol/Lリン酸塩緩衝液  
30 を加えて正確に20mLとし、高濃度試料溶液及び低濃度試料  
31 溶液とする。
- 32 貯法 容器 密閉容器。

## 1 アムホテリシンBシロップ

### 1 アムホテリシンBシロップ

#### 2 Amphotericin B Syrup

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～115.0%に  
4 対応するアムホテリシンB(C<sub>47</sub>H<sub>73</sub>NO<sub>17</sub>: 924.08)を含む。

5 製法 本品は「アムホテリシンB」をとり、シロップ剤の製法  
6 により製する。

7 確認試験 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」25mg(力  
8 価)に対応する容量をとり、ジメチルスルホキシド5mL及び  
9 メタノール45mLを加えて振り混ぜた後、この液1mLをとり、  
10 メタノールを加えて50mLとし、必要ならばろ過する。この  
11 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
12 トルを測定するとき、波長361～365nm、380～384nm及び  
13 403～407nmに吸収の極大を示す。

14 pH(2.54) 5.0～7.0

15 微生物限度(4.05) 本品1mL当たり、総好気性微生物数の許  
16 容基準は10<sup>2</sup>CFU、総真菌数の許容基準は5×10<sup>1</sup>CFUである。

17 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
18 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

19 (i) 試験菌、培地、円筒カンテン平板の調製及び標準溶液  
20 は、「アムホテリシンB」の定量法を準用する。

21 (ii) 試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う。「ア  
22 ムホテリシンB」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、  
23 ジメチルスルホキシド約70mLを加えて振り混ぜた後、ジメ  
24 チルスルホキシドを加えて正確に100mLとし、試料原液と  
25 する。試料原液適量を正確に量り、ジメチルスルホキシドを  
26 加えて、1mL中に200µg(力価)及び50µg(力価)を含む液を調  
27 製する。この液1mLずつを正確に量り、pH10.5の0.2mol/L  
28 リン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし、高濃度試料溶液  
29 及び低濃度試料溶液とする。

#### 30 貯法

31 保存条件 遮光して保存する。

32 容器 気密容器。

## 1 注射用アムホテリシンB

### 1 注射用アムホテリシンB

#### 2 Amphotericin B for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～120.0%に  
5 対応するアムホテリシンB(C<sub>47</sub>H<sub>73</sub>NO<sub>17</sub> : 924.08)を含む。

6 製法 本品は「アムホテリシンB」をとり、注射剤の製法によ  
7 り製する。

8 性状 本品は黄色～だいたい色の粉末又は塊である。

9 確認試験 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」25mg(力  
10 価)に対応する量を取り、ジメチルスルホキシド5mL及びメ  
11 タノール45mLを加えて振り混ぜた後、この液1mLをとり、  
12 メタノールを加えて50mLとし、必要ならばろ過する。この  
13 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
14 トルを測定するとき、波長361～365nm, 380～384nm及び  
15 403～407nmに吸収の極大を示す。

16 pH(2.54) 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」50  
17 mg(力価)に対応する量を水10mLに溶かす。この液1mLに水  
18 を加えて50mLとした液のpHは7.2～8.0である。

19 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「アムホテリシンB」50  
20 mg(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき、液は黄色～  
21 だいたい色澄明である。

22 乾燥減量(2.41) 8.0%以下(0.3g, 減圧, 60°C, 3時間)。

23 エンドトキシン(4.01) 3.0EU/mg(力価)未満。

24 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。た  
25 だし、含量規格の中央値をTとする。

26 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

28 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
29 適合する。

30 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
31 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

32 (i) 試験菌、培地、円筒カンテン平板の調製及び標準溶液  
33 は、「アムホテリシンB」の定量法を準用する。

34 (ii) 試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う。「ア  
35 ムホテリシンB」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
36 ジメチルスルホキシドに溶かして正確に50mLとし、試料原  
37 液とする。試料原液適量を正確に量り、ジメチルスルホキシ  
38 ドを加えて、1mL中に200µg(力価)及び50µg(力価)を含む液  
39 を調製する。この液1mLずつを正確に量り、pH10.5の  
40 0.2mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし、高濃度  
41 試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

#### 42 貯法

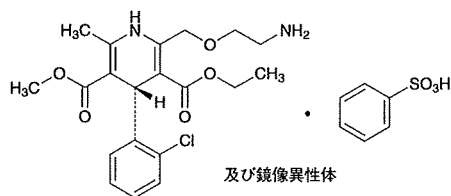
43 保存条件 遮光して冷所に保存する。

44 容器 密封容器。

1 アムロジピンベシル酸塩

1 アムロジピンベシル酸塩

2 Amlodipine Besilate  
3 ベシル酸アムロジピン



4  
5  $C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$  : 567.05  
6 3-Ethyl 5-methyl(4RS)-2-[(2-aminoethoxy)methyl]-  
7 4-(2-chlorophenyl)-6-methyl-1,4-dihydropyridine-3,5-  
8 dicarboxylate monobenzenesulfonate  
9 [111470-99-6]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アムロジピ  
11 ンベシル酸塩( $C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$ )98.0~102.0%を  
12 含む。

13 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶性の粉末である。

14 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや  
15 溶けにくく、水に溶けにくい。

16 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

17 融点: 約198℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→  
20 40000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
21 ペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクト  
22 ル又はアムロジピンベシル酸塩標準品について同様に操作し  
23 て得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
24 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
26 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
27 品の参照スペクトル又はアムロジピンベシル酸塩標準品のス  
28 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
29 ころに同様の強度の吸収を認める。

30 (3) 本品30mgに硝酸ナトリウム0.1g及び無水炭酸ナトリ  
31 ウム0.1gを加えてよく混ぜ合せ、徐々に強熱する。冷後、残  
32 留物を希塩酸2mL及び水10mLに溶かし、必要ならばろ過し、  
33 ろ液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

34 純度試験

35 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(25ppm以  
37 下)。

38 (2) 類縁物質 本品0.10gを水/アセトニトリル混液(1:  
39 1)50mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
40 り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mL  
41 とする。更にこの液3mLを正確に量り、水/アセトニトリ  
42 ル混液(1:1)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。  
43 試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で  
44 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
45 れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、  
46 試料溶液のアムロジピンに対する相対保持時間約0.90のピー

47 ク面積は、標準溶液のアムロジピンのピーク面積より大きく  
48 なく、試料溶液のアムロジピン及びアムロジピンに対する相  
49 対保持時間約0.15のベンゼンスルホン酸及び上記のピーク以  
50 外のピークの面積は、標準溶液のアムロジピンのピーク面積  
51 の1/3より大きくない。また、試料溶液のアムロジピン及  
52 びベンゼンスルホン酸以外のピークの合計面積は、標準溶液  
53 のアムロジピンのピーク面積の2.7倍より大きくない。

54 試験条件

55 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 237nm)

56 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に3μm  
57 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
58 リカゲルを充てんする。

59 カラム温度: 35℃付近の一定温度

60 移動相A: 水/トリフルオロ酢酸混液(5000:1)

61 移動相B: アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液  
62 (5000:1)

63 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
64 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 30	80 → 20	20 → 80
30 ~ 45	20	80

65 流量: 毎分1.0mL

66 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からアムロジピンの保  
67 持時間の約3倍の範囲

68 システム適合性

69 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、水/アセト  
70 ニトリル混液(1:1)を加えて正確に10mLとする。こ  
71 の液10μLから得たアムロジピンのピーク面積が、標  
72 準溶液のアムロジピンのピーク面積の7~13%になる  
73 ことを確認する。

74 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
75 操作するとき、アムロジピンのピークの理論段数及び  
76 シンメトリー係数は、それぞれ70000段以上、1.5以  
77 下である。

78 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
79 で試験を6回繰り返すとき、アムロジピンのピーク面  
80 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

81 (3) 残留溶媒 別に規定する。

82 水分(2.48) 0.5%以下(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

83 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

84 定量法 本品及びアムロジピンベシル酸塩標準品(別途本品と  
85 同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約35mgずつを精  
86 密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に250mLとす  
87 る。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液  
88 5mLずつを正確に加えた後、移動相を加えて25mLとし、試  
89 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLに  
90 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
91 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンの  
92 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

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

95  $= M_S \times Q_T / Q_S$

## 2 アムロジピンベシル酸塩

- 96 *M<sub>s</sub>*: 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の  
97 秤取量(mg)
- 98 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液  
99 (3→20000)
- 100 試験条件
- 101 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 237nm)
- 102 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
103 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
104 リカゲルを充てんする.
- 105 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度
- 106 移動相: メタノール/リン酸二水素カリウム溶液(41→  
107 10000)混液(13: 7)
- 108 流量: アムロジピンの保持時間が約8分になるように調  
109 整する.
- 110 システム適合性
- 111 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で  
112 操作するとき, アムロジピン, 内標準物質の順に溶出  
113 し, その分離度は3以上である.
- 114 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件  
115 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積  
116 に対するアムロジピンのピーク面積の比の相対標準偏  
117 差は1.0%以下である.
- 118 貯法
- 119 保存条件 遮光して保存する.
- 120 容器 密閉容器.

1 アムロジピンベシル酸塩錠

2 Amlodipine Besilate Tablets  
3 ベシル酸アムロジピン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 アムロジピンベシル酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>S :  
6 567.05)を含む。

7 製法 本品は「アムロジピンベシル酸塩」をとり、錠剤の製法  
8 により製する。

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

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

17 本品1個をとり、水10mLを加えて崩壊させ、時々振り混  
18 ぜながら、超音波処理により分散させた後、1mL中にアム  
19 ロジピンベシル酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>S)約69µgを含  
20 む液となるように移動相を加えて正確にV mLとし、60分間  
21 かき混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液10mLを正確に量  
22 り、内標準溶液5mLを正確に加え、移動相を加えて25mLと  
23 し、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

24 アムロジピンベシル酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>S)の量  
25 (mg)

$$26 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$$

27 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の  
28 秤取量(mg)

29 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液  
30 (3→20000)

31 溶出性 別に規定する。

32 定量法 本品20個をとり、水100mLを加えて崩壊させ、時々  
33 振り混ぜながら、超音波処理により分散させた後、移動相を  
34 加えて正確に1000mLとし、60分間かき混ぜる。この液を遠  
35 心分離し、アムロジピンベシル酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・  
36 C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>S)約0.7mgに対応する容量の上澄液を正確に量り、  
37 内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を加えて25mLと  
38 し、試料溶液とする。別にアムロジピンベシル酸塩標準品  
39 (別途「アムロジピンベシル酸塩」と同様の方法で水分  
40 (2.48)を測定しておく)約35mgを精密に量り、移動相に溶  
41 かし、正確に250mLとする。この液5mLを正確に量り、内  
42 標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を加えて25mLとし、  
43 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20µLにつき、次の  
44 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
45 内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンのピーク面積  
46 の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

47 アムロジピンベシル酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>S)の量  
48 (mg)

$$49 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 50$$

50 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の

51 秤取量(mg)

52 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液  
53 (3→20000)

54 試験条件

55 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 237nm)

56 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5µm  
57 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
58 リカゲルを充てんする。

59 カラム温度: 25°C付近の一定温度

60 移動相: メタノール/リン酸二水素カリウム溶液(41→  
61 10000)混液(13: 7)

62 流量: アムロジピンの保持時間が約8分になるように調  
63 整する。

64 システム適合性

65 システムの性能: 標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、アムロジピン、内標準物質の順に溶出  
67 し、その分離度は5以上である。

68 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
70 に対するアムロジピンのピーク面積の比の相対標準偏  
71 差は1.0%以下である。

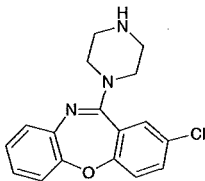
72 貯法 容器 密閉容器。



1 アモキサピン

1 アモキサピン

2 Amoxapine



3

4  $C_{17}H_{16}ClN_3O$  : 313.78

5 2-Chloro-11-(piperazin-1-yl)dibenzo[*b,f*][1,4]oxazepine

6 [14028-44-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、アモキサピン  
8 ( $C_{17}H_{16}ClN_3O$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)又はジエ  
11 チルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 確認試験

13 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫  
14 外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
15 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
16 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
17 認める。

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

22 (3) 本品につき、炎色反応試験(2) (1.04) を行うとき、緑  
23 色を呈する。

24 融点 (2.60) 178～182℃

25 純度試験

26 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
27 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(15ppm以  
28 下)。

29 (2) 類縁物質 本品0.5gをエタノール(95)/酢酸(100)混  
30 液(9 : 1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正  
31 確に量り、エタノール(95)/酢酸(100)混液(9 : 1)を加えて正  
32 確に10mLとする。この液1mLを正確に量り、エタノール  
33 (95)/酢酸(100)混液(9 : 1)を加えて正確に20mLとし、標準  
34 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
35 (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
36 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
37 て調製した薄層板にスポットする。次にエタノール(95)/酢  
38 酸(100)混液(9 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
39 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射すると  
40 き、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶  
41 液から得たスポットより濃くない。

42 乾燥減量 (2.41) 0.4%以下(1g, 減圧, 60℃, 3時間)。

43 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
45 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
46 (指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定

47 の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色になるときとする。

48 同様の方法で空試験を行い、補正する。

49 0.1mol/L過塩素酸1mL=15.69mg  $C_{17}H_{16}ClN_3O$

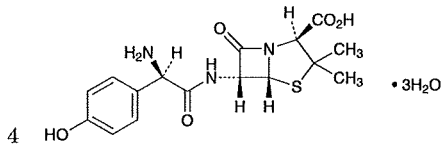
50 貯法 容器 気密容器。

1 アモキシシリン水和物

1 アモキシシリン水和物

2 Amoxicillin Hydrate

3 アモキシシリン



5 C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S · 3H<sub>2</sub>O : 419.45

6 (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)-

7 acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-

8 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate

9 [61336-70-7]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり950～  
11 1010μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アモキシシ  
12 リン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S : 365.40)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品は水又はメタノールに溶けにくく、エタノール(95)に  
15 極めて溶けにくい。

16 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
17 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
18 本品の参照スペクトル又はアモキシシリン標準品のスペクト  
19 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
20 同様の強度の吸収を認める。

21 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +290～+315°(脱水物に換算したも  
22 の0.1g, 水, 100mL, 100mm)。

23 純度試験

24 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、硫酸マグネシウム  
25 七水和物溶液(1→4)2mLを加えて混和した後、水浴上で加熱  
26 して蒸発乾固する。残留物を弱く加熱して炭化し、冷後、硫  
27 酸1mLを加えて注意して加熱した後、500～600℃で強熱し  
28 灰化する。冷後、残留物に塩酸1mLを加え、水浴上で加温  
29 して蒸発乾固する。残留物に水10mLを加え、水浴上で加温  
30 して溶かす。冷後、アンモニア試液でpHを3～4に調整した  
31 後、希酢酸2mLを加え、必要ならばろ過し、水10mLで洗い、  
32 ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて50mLとする。  
33 これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLをと  
34 り、硫酸マグネシウム七水和物溶液(1→4)2mLを加えて混和  
35 した後、検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)。

36 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第4法により検液を調  
37 製し、試験を行う(2ppm以下)。

38 (3) 類縁物質 本品0.10gをホウ酸溶液(1→200)50mLに  
39 溶かし、試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、ホ  
40 ウ酸溶液(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準溶液と  
41 する。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の  
42 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
43 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
44 るとき、試料溶液のアモキシシリン以外の各々のピーク面積  
45 は、標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

48 カラム：内径4mm, 長さ30cmのステンレス管に10μm  
49 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
50 リカゲルを充てんする。

51 カラム温度：25℃付近の一定温度

52 移動相：酢酸ナトリウム三水和物1.36gを水750mLに溶  
53 かし、酢酸(31)を加えてpH4.5に調整した後、水を加  
54 えて1000mLとする。この液950mLにメタノール  
55 50mLを加える。

56 流量：アモキシシリンの保持時間が約8分になるように  
57 調整する。

58 面積測定範囲：アモキシシリンの保持時間の約4倍の範  
59 囲

60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、ホウ酸溶液  
62 (1→200)を加えて正確に10mLとする。この液10μLか  
63 ら得たアモキシシリンのピーク面積が、標準溶液のア  
64 モキシシリンのピーク面積の7～13%になることを確  
65 認する。

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

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

73 水分(2.48) 11.0～15.0%(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

74 定量法 本品及びアモキシシリン標準品約30mg(力価)に対  
75 する量を精密に量り、それぞれをホウ酸溶液(1→200)に溶か  
76 し、正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試  
77 料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液  
78 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれ  
79 の液のアモキシシリンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

80 アモキシシリン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S)の量[μg(力価)]

81 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

82 M<sub>S</sub> : アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

83 試験条件

84 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

85 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
86 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
87 リカゲルを充てんする。

88 カラム温度：25℃付近の一定温度

89 移動相：酢酸ナトリウム三水和物1.361gを水750mLに  
90 溶かし、酢酸(31)を用いてpH4.5に調整した後、更に  
91 水を加えて1000mLとする。この液950mLにメタノ  
92 ール50mLを加える。

93 流量：アモキシシリンの保持時間が約8分になるように  
94 調整する。

95 システム適合性

96 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
97 操作するとき、アモキシシリンのピークの理論段数は  
98 2500段以上である。

99 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件

## 2 アモキシシリン水和物

- 100 で試験を6回繰り返すとき、アモキシシリンのピーク  
101 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
102 貯法 容器 気密容器。

## 1 アモキシシリンカプセル

## 2 Amoxicillin Capsules

3 本品は定量するとき、表示された力価の92.0~105.0%に  
4 対応するアモキシシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_5S$ : 365.40)を含む。

5 製法 本品は「アモキシシリン水和物」をとり、カプセル剤の  
6 製法により製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「アモキシ  
8 シリン水和物」8mg(力価)に対応する量を取り、0.01mol/L  
9 塩酸試液2mLを加えて30分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液  
10 を試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品8mg(力価)に  
11 対応する量を0.01mol/L塩酸試液2mLに溶かし、標準溶液と  
12 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
13 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層ク  
14 ロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にス  
15 ポットする。次にテトラヒドロフラン/水/ギ酸混液(50:  
16 5:2)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
17 る。これにニンヒドリンのエタノール(95)溶液(1→20)を均  
18 等に噴霧し、110°Cで15分間加熱するとき、試料溶液から得  
19 た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し、  
20 それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

21 純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、表示量に従い  
22 「アモキシシリン水和物」0.1g(力価)に対応する量を取り、  
23 ホウ酸溶液(1→200)30mLを加えて15分間振り混ぜた後、ホ  
24 ウ酸溶液(1→200)を加えて50mLとする。この液を遠心分離  
25 し、上澄液を試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、  
26 ホウ酸溶液(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準溶液  
27 とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次  
28 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
29 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
30 るとき、試料溶液のアモキシシリン以外のピークの面積は、  
31 標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない。

## 試験条件

32 「アモキシシリン水和物」の純度試験(3)の試験条件を  
33 準用する。

## システム適合性

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

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

41 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

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

45 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
46 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
47 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
48 正確に量り、表示量に従い1mL中に「アモキシシリン水和  
49 物」約56 $\mu$ g(力価)を含む液になるように水を加えて正確に  
50 V' mLとし、試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品

51 約28mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正  
52 確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて  
53 正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
54 50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
55 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のアモキシシリン  
56 のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

57 アモキシシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_5S$ )の表示量に対する溶出率(%)  
58 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

59 M<sub>S</sub>: アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

60 C: 1カプセル中のアモキシシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_5S$ )の表示量  
61 [mg(力価)]

## 試験条件

62 「アモキシシリン水和物」の定量法の試験条件を準用す  
63 る。

## システム適合性

64 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、アモキシシリンのピークの理論段数及  
66 びシンメトリー係数は、それぞれ2500段以上、2.0以  
67 下である。

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

71 定量法 本品10個以上をとり、その質量を精密に量り、内容  
72 物を取り出し、内容物を取り出した空のカプセルの質量を精  
73 密に量る。「アモキシシリン水和物」約0.1g(力価)に対応す  
74 る量を精密に量り、水70mLを加えて15分間振り混ぜた後、  
75 水を加えて正確に100mLとする。この液を遠心分離し、上  
76 澄液を試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品約  
77 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確  
78 に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
79 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
80 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のアモキシシリン  
81 のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

82 アモキシシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_5S$ )の量[mg(力価)]

83 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 5$$

84 M<sub>S</sub>: アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

## 試験条件

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

87 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

88 カラム: 内径4mm, 長さ30cmのステンレス管に10 $\mu$ m  
89 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
90 リカゲルを充てんする。

## システム適合性

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

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

2 アモキシシリンカプセル

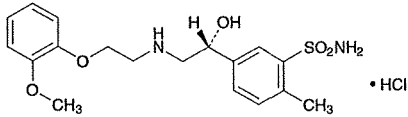
104 貯法 容器 気密容器.

1 アモスラロール塩酸塩

1 アモスラロール塩酸塩

2 Amosulalol Hydrochloride

3 塩酸アモスラロール



4 及び鏡像異性体

5  $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$  : 416.92

6 5-((1*RS*)-1-Hydroxy-2-([2-(2-  
7 methoxyphenoxy)ethyl]amino)ethyl)-  
8 2-methylbenzenesulfonamide monohydrochloride  
9 [70958-86-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アモスラ  
11 ール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。  
12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は苦い。  
13 本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
14 水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい。  
15 本品は吸湿性である。  
16 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→20000)につき、紫外可視吸光度測  
19 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
20 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。  
22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
25 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。  
26 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応 (1.09) を  
27 呈する。

28 融点 (2.60) 158~162℃

29 純度試験

30 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gを磁製るつぼにとり、硫酸  
31 1.5mLを加え、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷  
32 後、硝酸2mLを加え、白煙が生じなくなるまで注意して加  
33 熱した後、500~600℃で強熱し、灰化する。冷後、塩酸2  
34 mLを加え、以下第2法により操作し、試験を行う。比較液  
35 は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液  
36 2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。  
37 (2) 類縁物質 本品0.10gを移動相20mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
39 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
40 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
41 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
42 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアモスラ  
43 ロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のアモスラ  
44 ロールのピーク面積の2/5より大きくない。

45 試験条件

46 検出器：紫外吸光度計(測定波長：272nm)

47 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm

48 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
49 リカゲルを充てんする。

50 カラム温度：30℃付近の一定温度

51 移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし、  
52 1000mLとした液に、リン酸水素二ナトリウム十二水  
53 和物3.58gを水に溶かし、1000mLとした液を加えて  
54 pH5.7に調整する。この液670mLにアセトニトリル  
55 330mLを加える。

56 流量：アモスラロールの保持時間が約7分になるように  
57 調整する。

58 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアモスラロールの  
59 保持時間の約2倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
62 えて正確に10mLとする。この液10μLから得たアモ  
63 スラロールのピーク面積が、標準溶液のアモスラ  
64 ロールのピーク面積の7~13%になることを確認する。  
65 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、アモスラロールのピークの理論段数及  
67 びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.7以  
68 下である。

69 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、アモスラロールのピーク  
71 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

72 水分 (2.48) 4.0%以下(1g、容量滴定法、直接滴定)。

73 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

74 定量法 本品約0.6gを精密に量り、ギ酸3mLに溶かし、酢酸  
75 (100)/無水酢酸混液(3：2)80mLを加え、0.1mol/L過塩素酸  
76 で5分以内に滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で  
77 空試験を行い、補正する。

78 0.1mol/L過塩素酸1mL=41.69mg  $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$

79 貯法 容器 気密容器。

# 1 アモスラロール塩酸塩錠

## 1 アモスラロール塩酸塩錠

2 Amosulalol Hydrochloride Tablets

3 塩酸アモスラロール錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 アモスラロール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ ; 416.92)を含む。  
6 製法 本品は「アモスラロール塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アモスラロール塩  
9 酸塩」50mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液25mL  
10 を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液2.5mLに  
11 水を加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法  
12 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長270~  
13 274nmに吸収の極大を示し、波長275~281nmに吸収の肩  
14 を示す。

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

17 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液2mLを加えて崩壊させ、  
18 メタノール15mLを加えてよく振り混ぜる。1mL中にアモス  
19 ラロール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )約0.4mgを含む液とな  
20 るようにメタノールを加え、正確にV mLとした後、遠心分  
21 離する。上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確  
22 に加え、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に  
23 定量用塩酸アモスラロール(別途「アモスラロール塩酸塩」  
24 と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約20mgを精密  
25 に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液  
26 5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、移動相  
27 を加えて20mLとし、標準溶液とする。以下定量法を準用す  
28 る。

29 アモスラロール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )の量(mg)

$$30 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

31  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取  
32 量(mg)

33 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液  
34 (1→6250)

35 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
36 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
37 75%以上である。

38 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
39 20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
40 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
41 確に量り、表示量に従い1mL中にアモスラロール塩酸塩  
42 ( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )約5.5 $\mu$ gを含む液となるように水を加え  
43 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ア  
44 モスラロール(別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法  
45 で水分(2.48)を測定しておく)約22mgを精密に量り、水に  
46 溶かし、正確に200mLとする。この液5mLを正確に量り、  
47 水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
48 及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
49 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、アモスラロール  
50 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

51 アモスラロール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )の表示量に対す  
52 る溶出率(%)

$$53 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$$

54  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取  
55 量(mg)

56 C: 1錠中のアモスラロール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )の  
57 表示量(mg)

58 試験条件

59 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 272nm)  
60 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
61 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
62 リカゲルを充てんする。

63 カラム温度: 30°C付近の一定温度

64 移動相: リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし、  
65 1000mLとした液に、リン酸水素二ナトリウム十二水  
66 和物3.58gを水に溶かし、1000mLとした液を加えて  
67 pH5.7に調整する。この液670mLにアセトニトリル  
68 330mLを加える。

69 流量: アモスラロールの保持時間が約5分になるように  
70 調整する。

71 システム適合性

72 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
73 操作するとき、アモスラロールのピークの理論段数及  
74 びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.7以  
75 下である。

76 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
77 で試験を6回繰り返すとき、アモスラロールのピーク  
78 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

79 定量法 本品10個をとり、0.1mol/L塩酸試液20mLを加え、よ  
80 く振り混ぜて崩壊させる。次にメタノール120mLを加えて  
81 更によく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に200mL  
82 とし、遠心分離する。アモスラロール塩酸塩  
83 ( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )約5mgに対応する容量の上澄液を正確  
84 に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、移動相を加えて  
85 50mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アモスラロ  
86 ル(別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法で水分  
87 (2.48)を測定しておく)約25mgを精密に量り、メタノール  
88 に溶かし正確に25mLとする。この液5mLを正確に量り、内  
89 標準溶液5mLを正確に加え、移動相を加えて50mLとし、標  
90 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条  
91 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内  
92 標準物質のピーク面積に対するアモスラロールのピーク面積  
93 の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

94 アモスラロール塩酸塩( $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$ )の量(mg)

$$95 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

96  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取  
97 量(mg)

98 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液  
99 (1→6250)

100 試験条件

101 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 272nm)

## 2 アモスラロール塩酸塩錠

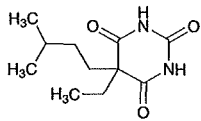
- 102 カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
103 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
104 リカゲルを充てんする。  
105 カラム温度：25℃付近の一定温度  
106 移動相：薄めた酢酸(100)(1→25)/アセトニトリル/酢  
107 酸アンモニウム溶液(1→250)混液(5：3：2)  
108 流量：アモスラロールの保持時間が約4分になるように  
109 調整する。  
110 システム適合性  
111 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
112 操作するとき，アモスラロール，内標準物質の順に溶  
113 出し，その分離度は7以上である。  
114 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
115 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積  
116 に対するアモスラロールのピーク面積の比の相対標準  
117 偏差は1.0%以下である。  
118 貯法 容器 気密容器。



1 アモバルピタール

1 アモバルピタール

2 Amobarbital



3

4  $C_{11}H_{18}N_2O_3$  : 226.27

5 5-Ethyl-5-(3-methylbutyl)pyrimidine-

6 2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

7 [57-43-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アモバルピタール

9 ( $C_{11}H_{18}N_2O_3$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、

11 味はわずかに苦い。

12 本品はエタノール(95)、アセトン又はジエチルエーテルに

13 溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、水にほとんど

14 溶けない。

15 本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶

16 ける。

17 本品の飽和水溶液のpHは5.0～5.6である。

18 確認試験

19 (1) 本品0.2gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて煮沸

20 するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

21 (2) 本品0.05gにpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム

22 緩衝液2～3滴及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて溶か

23 し、クロロホルム5mL及び硫酸銅(II)試液0.3mLを加えると

24 き、水層に赤紫色の沈殿を生じ、振り混ぜるとき、クロロホ

25 ルム層は赤紫色を呈する。

26 (3) 本品0.4gに無水炭酸ナトリウム0.1g及び水4mLを加え

27 て振り混ぜ、4-ニトロ塩化ベンジル0.3gをエタノール

28 (95)7mLに溶かした液を加え、還流冷却器を付け、水浴上で

29 30分間加熱した後、1時間放置し、析出した結晶をろ取し、

30 水酸化ナトリウム試液7mL及び水少量で洗い、エタノール

31 (95)から再結晶し、105℃で30分間乾燥するとき、その融点

32 (2.60)は168～173℃又は150～154℃である。

33 融点 (2.60) 157～160℃

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶か

36 すとき、液は無色澄明である。

37 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.30gをアセトン20mLに溶かし、

38 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、

39 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン

40 20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以

41 下)。

42 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.40gをアセトン20mLに溶かし、

43 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、

44 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLにアセトン

45 20mL、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以

46 下)。

47 (4) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、

48 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

49 下)。

50 (5) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。

51 液の色は色の比較液Aより濃くない。

52 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 4時間)。

53 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール

55 (95)5mL及びクロロホルム50mLを加えて溶かし、0.1mol/L

56 水酸化カリウム・エタノール液で滴定 (2.50) する(指示薬:

57 アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液1mL)。た

58 だし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わると

59 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

60 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

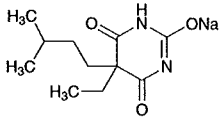
61 =22.63mg  $C_{11}H_{18}N_2O_3$

62 貯法 容器 密閉容器。

1 注射用アモバルビタールナトリウム

1 注射用アモバルビタールナトリウム

2 Amobarbital Sodium for Injection



3

4  $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$  : 248.25

5 Monosodium 5-ethyl-5-(3-methylbutyl)-4,6-

6 dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate

7 [64-43-7]

8 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アモバルビタールナ  
10 トリウム( $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$ )98.5%以上を含み、表示量の92.5  
11 ~107.5%に対応するアモバルビタールナトリウム  
12 ( $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$ )を含む。

13 製法 本品は注射剤の製法により製する。

14 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
15 味は苦い。

16 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエー  
17 テル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

18 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは10.0~11.0である。

19 本品は吸湿性である。

20 確認試験

21 (1) 本品1.5gを水20mLに溶かし、かき混ぜながら希塩酸  
22 10mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、  
23 水10mLで4回洗い、105°Cで3時間乾燥するとき、その融点  
24 (2.60)は157~160°Cである。更にこの沈殿につき、「アモ  
25 バルビタール」の確認試験を準用する。

26 (2) 本品0.5gを強熱し、冷後、残留物を水10mLに溶かし  
27 た液は、ナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに  
30 溶かすとき、液は無色澄明である。

31 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gを水49mLに溶かし、酢酸  
32 (100)1mLを加えて振り混ぜた後、ろ過し、初めのろ液  
33 10mLを除き、次のろ液30mLに希硝酸6mL及び水を加えて  
34 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は  
35 0.01mol/L塩酸0.30mL、酢酸(100)0.5mL、希硝酸6mL及び  
36 水を加えて50mLとする(0.018%以下)。

37 (3) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gを水49mLに溶かし、酢酸  
38 (100)1mLを加えて振り混ぜた後、ろ過し、初めのろ液  
39 10mLを除き、次のろ液25mLに希塩酸2.5mL及び水を加え  
40 て50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は  
41 0.005mol/L硫酸0.40mL、酢酸(100)0.5mL、希塩酸1mL及  
42 び水を加えて50mLとする(0.019%以下)。

43 (4) 重金属(1.07) 本品2.0gを水45mLに溶かし、希塩酸  
44 5mLを加えて激しく振り混ぜた後、更に時々振り混ぜなが  
45 ら水浴上で2分間加温する。冷後、水30mLを加えて振り混  
46 ぜた後、ろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
47 40mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア  
48 試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え、これに希酢酸

49 2.5mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験  
50 を行う。比較液は希塩酸2.5mLにフェノールフタレイン試液  
51 1滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するま  
52 で加え、希酢酸2.5mL、鉛標準液2.0mL及び水を加えて  
53 50mLとする(20ppm以下)。

54 (5) 中性又は塩基性物質 本品約1gを精密に量り、水  
55 10mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かし、クロ  
56 ロホルム40mLを加えてよく振り混ぜる。クロロホルム層を  
57 分取し、水5mLずつで2回洗い、ろ過した後、ろ液を水浴上  
58 で蒸発乾固し、残留物を105°Cで1時間乾燥するとき、その  
59 量は0.30%以下である。

60 (6) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
61 液の色は色の比較液Aより濃くない。

62 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

63 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

64 これを乾燥し、その約0.5gを精密に量り、分液漏斗に入れ、  
65 水20mLに溶かし、エタノール(95)5mL、希塩酸10mLを加  
66 え、クロロホルム50mLで抽出する。更にクロロホルム  
67 25mLずつで3回抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、  
68 水5mLずつで2回洗い、洗液はクロロホルム10mLずつで2回  
69 抽出し、クロロホルム抽出液を合わせ、ろ過する。ろ紙をク  
70 ロロホルム5mLずつで3回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、エ  
71 タノール(95)10mLを加え、0.1mol/L水酸化カリウム・エタ  
72 ノール液で滴定(2.50)する(指示薬：アリザリンエロー  
73 GG・チモールフタレイン試液2mL)。ただし、滴定の終点  
74 は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。別にク  
75 ロロホルム160mLにエタノール(95)30mLを加えた液につき、  
76 同様の方法で空試験を行い、補正する。

77 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

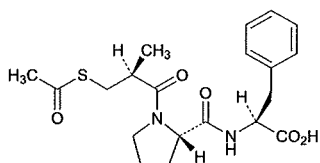
78 =24.83mg  $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$

79 貯法 容器 密封容器。

# 1 アラセプリル

## 1 アラセプリル

2 Alacepril



3

4  $C_{20}H_{26}N_2O_5S$  : 406.50

5 (2S)-2-[(2S)-1-[(2S)-3-(Acetylsulfanyl)-

6 2-methylpropanoyl]pyrrolidine-2-carbonyl]amino-

7 3-phenylpropanoic acid

8 [74258-86-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アラセプリル  
10 ( $C_{20}H_{26}N_2O_5S$ )98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(95)にやや溶  
13 けやすく、水に溶けにくい。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

### 15 確認試験

16 (1) 本品20mgに水酸化ナトリウム0.1gを加え、徐々に加  
17 熱して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙  
18 を青変する。冷後、水2mLを加えて振り混ぜた後、酢酸鉛  
19 (II)試液1mLを加えるとき、褐色~黒色の沈殿を生じる。

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

24 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -81~-85°(乾燥後, 0.25g, エタノ  
25 ール(95), 25mL, 100mm)。

26 融点(2.60) 153~157°C

### 27 純度試験

28 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gをメタノール30mLに溶かし、  
29 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
30 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにメタノール  
31 30mL, 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以  
32 下)。

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gをメタノール30mLに溶かし、  
34 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
35 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLにメタノール  
36 30mL, 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以  
37 下)。

38 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
40 下)。

41 (4) 類縁物質 本品50mgをエタノール(95)5mLに溶かし、  
42 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
43 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
44 び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
45 トグラフィ(2.01)により試験を行う。それぞれの液の  
46 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶  
47 液のアラセプリル以外のピークの面積は、標準溶液のアラセ

48 プリルのピーク面積の2/5倍より大きくない。また、試料  
49 溶液のアラセプリル以外のピークの合計面積は、標準溶液の  
50 アラセプリルのピーク面積より大きくない。ただし、アラセ  
51 プリルに対する相対保持時間が約2.3及び約2.6のピークの面  
52 積は、自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.5及び  
53 1.9を乗じた値とする。

### 54 試験条件

55 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

56 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
57 の液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シ  
58 リカゲルを充てんする。

59 カラム温度：40°C付近の一定温度

60 移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)/アセトニトリル/  
61 メタノール/テトラヒドロフラン混液(6:2:1:1)

62 流量：アラセプリルの保持時間が約5分になるように調  
63 整する。

64 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアラセプリルの保  
65 持時間の約3倍の範囲

### 66 システム適合性

67 検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り、エタノール  
68 (95)を加えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得  
69 たアラセプリルのピーク面積が、標準溶液のアラセプ  
70 リルのピーク面積の30~50%になることを確認する。  
71 システムの性能：本品20mgをパラオキシ安息香酸プロ  
72 ビルのエタノール(95)溶液(1→80000)50mLに溶かす。  
73 この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ア  
74 ラセプリル、パラオキシ安息香酸プロビルの順に溶出  
75 し、その分離度は7以上である。

76 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
77 で試験を6回繰り返すとき、アラセプリルのピーク面  
78 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

79 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

80 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

81 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、メタノール  
82 /水混液(2:1)75mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム  
83 液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を  
84 行い、補正する。

85 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=40.65mg  $C_{20}H_{26}N_2O_5S$

86 貯法 容器 気密容器。

## 1 アラセプリル錠

## 2 Alacepril Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 アラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S；406.50)を含む。

5 製法 本品は「アラセプリル」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アラセプリル」  
8 0.1gに対応する量を取り、エタノール(95)10mLを加えてよ  
9 く振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアラ  
10 セプリル10mgをエタノール(95)1mLに溶かし、標準溶液と  
11 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)  
12 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層ク  
13 ロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製し  
14 た薄層板にスポットする。次にエタノール(99.5)/ヘキサン  
15 混液(2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
16 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
17 料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  
18 色調及びR<sub>f</sub>値は等しい。

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

21 本品1個をとり、水2mLを加え、超音波を用いて粒子を小  
22 さく分散させた後、アラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)10mg当  
23 たり内標準溶液2mLを正確に加え、次いでメタノールを加え、  
24 時々振り混ぜながら15分間超音波照射を行う。更に15分間  
25 振り混ぜた後、1mL中にアラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)約  
26 0.5mgを含む液となるようにメタノールを加え、正確にV  
27 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
28 別に定量用アラセプリルを105℃で3時間乾燥し、その約  
29 25mgを精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、更にメ  
30 タノールを加えて溶かし、50mLとし、標準溶液とする。試  
31 料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマト  
32 グラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク  
33 面積に対するアラセプリルのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求  
34 める。

35 アラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)

$$36 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

37 M<sub>S</sub>：定量用アラセプリルの秤取量(mg)

38 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶  
39 液(3→20000)

40 試験条件

41 定量法の試験条件を準用する。

42 システム適合性

43 定量法のシステム適合性を準用する。

44 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により毎  
45 分50回転で試験を行うとき、本品の12.5mg錠及び25mg錠  
46 の30分間の溶出率は75%以上であり、50mg錠の30分間の溶  
47 出率は70%以上である。

48 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
49 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
50 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
51 正確に量り、表示量に従い1mL中にアラセプリル

52 (C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)約14 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確  
53 にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用アラセプリル  
54 を105℃で3時間乾燥し、その約14mgを精密に量り、メタノ  
55 ール2mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この  
56 液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶  
57 液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫  
58 外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長230nm  
59 における吸光度A<sub>T1</sub>及びA<sub>S1</sub>並びに300nmにおける吸光度A<sub>T2</sub>  
60 及びA<sub>S2</sub>を測定する。

61 アラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

$$62 = M_S \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

63 M<sub>S</sub>：定量用アラセプリルの秤取量(mg)

64 C：錠中のアラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量(mg)

65 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
66 とする。アラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)約50mgに対応する量  
67 を精密に量り、水2mLを加えて潤し、次に内標準溶液3mL  
68 を正確に加え、更にメタノール40mLを加え、15分間超音波  
69 照射し、冷後、メタノールを加えて50mLとする。この液を  
70 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用アラセプ  
71 リルを105℃で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、内  
72 標準溶液3mLを正確に加え、更にメタノールを加えて溶か  
73 し、50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
74 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
75 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアラセプ  
76 リルのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

77 アラセプリル(C<sub>20</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg) = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

78 M<sub>S</sub>：定量用アラセプリルの秤取量(mg)

79 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶  
80 液(1→2000)

81 試験条件

82 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

83 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
84 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
85 リカゲルを充てんする。

86 カラム温度：40℃付近の一定温度

87 移動相：薄めた酢酸(100)(1→100)/アセトニトリル/  
88 メタノール/テトラヒドロフラン混液(13：5：1：1)

89 流量：アラセプリルの保持時間が約6分になるように調  
90 整する。

91 システム適合性

92 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、アラセプリル、内標準物質の順に溶出  
94 し、その分離度は7以上である。

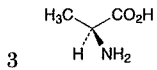
95 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
97 に対するアラセプリルのピーク面積の比の相対標準偏  
98 差は1.0%以下である。

99 貯法 容器 気密容器。

1 L-アラニン

1 L-アラニン

2 L-Alanine



4 C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub> : 89.09

5 (2S)-2-Aminopropanoic acid

6 [56-41-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-アラニン  
8 (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>)98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味はわずかに甘  
10 い。

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

13 本品は6mol/L塩酸試液に溶ける。

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

18 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +13.5~+15.5°(乾燥後, 2.5g,  
19 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

20 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.7~  
21 6.7である。

22 純度試験

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

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

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

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

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

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

37 (7) 類縁物質 本品約0.5gを精密に量り、塩酸0.5mL及び  
38 水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
39 り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、試料溶  
40 液とする。別にL-アスパラギン酸、L-トレオニン、L-セ  
41 リン、L-グルタミン酸、グリシン、L-アラニン、L-シス  
42 チン、L-バリン、L-メチオニン、L-イソロイシン、L-  
43 ロイシン、L-チロジン、L-フェニルアラニン、L-リジン  
44 塩酸塩、塩化アンモニウム、L-ヒスチジン及びL-アルギ  
45 ニンをそれぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り、  
46 0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に1000mLとし、標準原液  
47 とする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加  
48 えて正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、  
49 0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶液と  
50 する。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の

51 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
52 試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液  
53 1mLに含まれるアラニン以外のアミノ酸の質量を求め、そ  
54 の質量百分率を算出するとき、アラニン以外の各アミノ酸の  
55 量は0.1%以下である。

56 試験条件

57 検出器：可視吸光度計(測定波長：570nm)

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

62 カラム温度：57°C付近の一定温度

63 反応槽温度：130°C付近の一定温度

64 反応時間：約1分

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

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	—
クエン酸三ナトリウ ム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	—
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	—
水酸化ナトリウム	—	—	—	—	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	—	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	—	—
ベンジルアルコール	—	—	—	5mL	—
ラウロマクロゴール 溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

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

76 反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし、  
77 酢酸(100)123mL、1-メトキシ-2-プロパノール  
78 401mL及び水を加えて1000mLとし、10分間窒素を  
79 通じ、(I)液とする。別に1-メトキシ-2-プロパノ  
80 ール979mLにニンヒドリン39gを加え、5分間窒素を  
81 通じた後、水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え、30  
82 分間窒素を通じ、(II)液とする。(I)液と(II)液を1容  
83 量と1容量の混液とする(用時製する)。

84 移動相流量：毎分0.20mL

85 反応試薬流量：毎分0.24mL

86 システム適合性

87 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
88 操作するとき、グリシンとアラニンの分離度は1.2以  
89 上である。

90 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
91 で試験を6回繰り返すとき、標準溶液中の各アミノ酸  
92 のピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下であり、保

## 2 L-アラニン

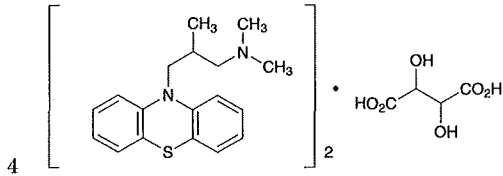
- 93 持時間の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 94 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105°C, 3時間).
- 95 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g).
- 96 定量法 本品を乾燥し, その約90mgを精密に量り, ギ酸3mL
- 97 に溶かし, 酢酸(100)50mLを加え, 0.1mol/L過塩素酸で滴
- 98 定 (2.50) する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い,
- 99 補正する.
- 100 0.1mol/L過塩素酸1mL=8.909mg  $C_3H_7NO_2$
- 101 貯法 容器 気密容器.

1 アリメマジン酒石酸塩

1 アリメマジン酒石酸塩

2 Alimemazine Tartrate

3 酒石酸アリメマジン



5  $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$  : 746.98

6 *N,N*,2-Trimethyl-3-(10*H*-phenothiazin-10-

7 yl)propylamine hemitartrate

8 [41375-66-0]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アリメマジン酒石酸  
10 塩 $[(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

12 本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)に  
13 やや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0~6.5である。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)2mLに塩化鉄(III)試液1滴を加  
18 えるとき、液は赤褐色を呈し、直ちに黄色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品1gを水5mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液  
20 3mLを加え、ジエチルエーテル10mLずつで2回抽出する[水  
21 層は(4)の試験に用いる]。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、  
22 無水硫酸ナトリウム3gを加えて振り混ぜた後、ろ過する。  
23 ろ液に空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発し、残留物  
24 をデシケーター(酸化リン(V))で16時間減圧乾燥するとき、  
25 その融点(2.60)は66~70℃である。

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

30 (4) (2)の水層を希酢酸で中和した液は酒石酸塩の定性反  
31 応(1.09)の(1)及び(2)を呈する。

32 融点(2.60) 159~163℃

33 純度試験

34 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
35 明である。

36 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
38 下)。

39 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
40 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
41 タノール(95)溶液(1→5)を用いる(2ppm以下)。

42 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 3時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.8gを精密に量り、酢酸  
45 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
46 (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液2mL)。ただし、滴

47 定の終点は液の赤色が褐色を経て緑褐色になるときとする。

48 同様の方法で空試験を行い、補正する。

49 0.1mol/L過塩素酸1mL=37.35mg  $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$

50 貯法

51 保存条件 遮光して保存する。

52 容器 気密容器。

## 1 亜硫酸水素ナトリウム

### 1 亜硫酸水素ナトリウム

2 Sodium Bisulfite

3 重亜硫酸ナトリウム

4  $\text{NaHSO}_3$ : 104.06

5 本品は亜硫酸水素ナトリウム及びピロ亜硫酸ナトリウムの  
6 混合物である。

7 本品は定量するとき、二酸化イオウ( $\text{SO}_2$ : 64.06)64.0~  
8 67.4%を含む。

9 性状 本品は白色の粒又は粉末で、二酸化イオウのにおいがあ  
10 る。

11 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
12 テルにほとんど溶けない。

13 本品の水溶液(1→20)は酸性である。

14 本品は空気又は光によって徐々に変化する。

15 確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び亜硫酸水  
16 素塩の定性反応(1.09)を呈する。

17 純度試験

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

20 (2) チオ硫酸塩 本品1.0gを水15mLに溶かし、希塩酸  
21 5mLを徐々に加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、液は混  
22 濁しない。

23 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gを水10mLに溶かし、塩酸  
24 5mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸2mL及  
25 び水を加えて溶かし50mLとする。これを検液とし、試験を  
26 行う。比較液は塩酸5mLを水浴上で蒸発乾固し、残留物に  
27 希酢酸2mL、鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする  
28 (20ppm以下)。

29 (4) 鉄(1.10) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調製  
30 し、A法により試験を行う。比較液には鉄標準液2.0mLを加  
31 える(20ppm以下)。

32 (5) ヒ素(1.11) 本品0.5gを水10mLに溶かし、硫酸1mL  
33 を加え、砂浴上で白煙を生じるまで加熱し、水を加えて  
34 5mLとする。これを検液とし、試験を行う(4ppm以下)。

35 定量法 本品約0.15gを精密に量り、直ちに正確に0.05mol/L  
36 ヨウ素液50mLを入れたヨウ素瓶に入れ、密栓して振り混ぜ、  
37 暗所に5分間放置する。次に塩酸1mLを加え、過量のヨウ素  
38 を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示  
39 薬:デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

40  $0.05\text{mol/L}$ ヨウ素液1mL=3.203mg  $\text{SO}_2$

41 貯法

42 保存条件 遮光して、なるべく全満し、30℃以下で保存す  
43 る。

44 容器 気密容器。



1 乾燥亜硫酸ナトリウム

1 乾燥亜硫酸ナトリウム

2 Dried Sodium Sulfite

3 無水亜硫酸ナトリウム

4  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  : 126.04

5 本品は定量するとき、亜硫酸ナトリウム( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )97.0%  
6 以上を含む。

7 性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはない。

8 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
9 テルにほとんど溶けない。

10 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは約10である。

11 本品は湿った空气中で徐々に変化する。

12 確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び亜硫酸塩  
13 の定性反応(1.09)を呈する。

14 純度試験

15 (1) チオ硫酸塩 本品1.0gを水15mLに溶かし、塩酸5mL  
16 を徐々に加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、液は混濁し  
17 ない。

18 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gを水5mLに溶かし、塩酸  
19 2mLを徐々に加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に熱湯  
20 3mL及び塩酸1mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、希酢酸  
21 2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
22 行う。比較液は塩酸3mLを蒸発乾固し、希酢酸2mL、鉛標  
23 準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

24 (3) ヒ素(1.11) 本品0.5gを水5mLに溶かし、硫酸1mL  
25 を加え、砂浴上で白煙を生じるまで加熱し、水を加えて  
26 5mLとする。これを検液とし、試験を行う(4ppm以下)。

27 定量法 本品約0.2gを精密に量り、直ちに正確に0.05mol/Lヨ  
28 ウ素液50mLを入れたヨウ素瓶に入れ、密栓して振り混ぜ、  
29 暗所に5分間放置する。次に塩酸1mLを加え、過量のヨウ素  
30 を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示  
31 薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

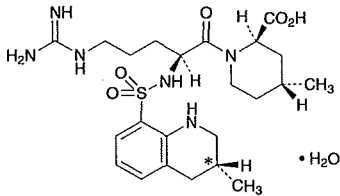
32  $0.05\text{mol/L}$ ヨウ素液1mL=6.302mg  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

33 貯法 容器 気密容器。

1 アルガトロバン水和物

1 アルガトロバン水和物

- 2 Argatroban Hydrate
- 3 アルガトロバン



- 4 及びC\*位エピマー
- 5  $C_{23}H_{36}N_6O_5S \cdot H_2O$  : 526.65
- 6 (2*R*,4*R*)-4-Methyl-1-((2*S*)-2-[[*(3*R*)-3-methyl-*
- 7 1,2,3,4-tetrahydroquinolin-8-yl]sulfonyl)amino-
- 8 5-guanidinopentanoyl)piperidine-2-carboxylic acid
- 9 monohydrate
- 10 [141396-28-3]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アルガトロ  
12 バン( $C_{23}H_{36}N_6O_5S$  : 508.63)98.5~101.0%を含む。

13 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は苦い。  
14 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けに  
15 く、エタノール(99.5)に溶けにくく、水に極めて溶けにく  
16 い。

17 本品は光によって徐々に分解する。

18 確認試験

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

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

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

30 純度試験

31 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
33 下)。

34 (2) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第4法により灰化する。  
35 冷後、残留物に希塩酸10mLを加え、水浴上で加温して溶か  
36 す。これを検液とし、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウ  
37 ム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えた後、  
38 過酸化水素(30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(1ppm以  
39 下)。

40 (3) 類縁物質1 本品50mgをメタノール40mLに溶かし、  
41 水を加えて100mLとし、試料溶液とする。試料溶液10μLに  
42 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
43 験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により  
44 測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、アル  
45 ガトロバン以外のピークの面積はそれぞれ0.1%以下である。

- 46 試験条件
- 47 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)
- 48 カラム：内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm
- 49 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
- 50 リカゲルを充てんする。
- 51 カラム温度：45℃付近の一定温度
- 52 移動相A：酢酸(100)2.5mLに水を加えて1000mLとし、
- 53 アンモニア試液を加えてpH5.0に調整する。この液
- 54 500mLにメタノール500mLを加える。
- 55 移動相B：酢酸(100)2.5mLに水を加えて1000mLとし、
- 56 アンモニア試液を加えてpH5.0に調整する。この液
- 57 200mLにメタノール800mLを加える。
- 58 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
59 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 5	100	0
5 ~ 35	100 → 5	0 → 95

- 60 流量：毎分約1.0mL
- 61 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルガトロバンの
- 62 保持時間の約1.5倍の範囲

63 システム適合性

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

71 システムの性能：本品5mg及び安息香酸メチル5μLをメ  
72 タノール40mLに溶かし、水を加えて100mLとする。  
73 この液5mLにメタノール40mL及び水を加えて  
74 100mLとする。この液10μLにつき、上記の条件で操  
75 作するとき、安息香酸メチル、アルガトロバンの順に  
76 溶出し、その分離度は3以上である。

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

81 (4) 類縁物質2 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
82 試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、メタノールを  
83 加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メ  
84 タノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これ  
85 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
86 を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグ  
87 ラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板  
88 にスポットする。次にメタノール/酢酸エチル/水混液  
89 (10 : 10 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
90 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
91 料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で、標  
92 準溶液から得たスポットより濃くない。

93 (5) 残留溶媒 別に規定する。

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

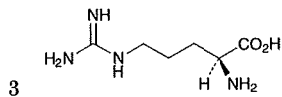
## 2 アルガトロバン水和物

- 95 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g).
- 96 異性体比 本品50mgをメタノール50mLに溶かし、水を加え  
97 て100mLとし、試料溶液とする。試料溶液10 $\mu$ Lにつき、次  
98 の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、  
99 保持時間40分付近に近接して現れる2つのピークのうち、保  
100 持時間の小さい方のピーク面積 $A_n$ 及び保持時間の大きい方  
101 のピーク面積 $A_b$ を測定するとき、 $A_n/(A_n+A_b)$ は0.30~0.40  
102 である。
- 103 試験条件
- 104 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
- 105 カラム：内径6.0mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
106 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
107 リカゲルを充てんする。
- 108 カラム温度：40℃付近の一定温度
- 109 移動相：水500mLにメタノール500mL、薄めた40%テ  
110 トラブチルアンモニウムヒドロキシド試液(1→  
111 4)13mL及びリン酸0.68mLを加えた後、アンモニア  
112 試液及び薄めたアンモニア水(28)(1→20)を加えて  
113 pH6.8に調整する。
- 114 流量：アルガトロバンの2つのピークのうち、先に溶出  
115 するピークの保持時間が約40分になるように調整す  
116 る。
- 117 システム適合性
- 118 システムの性能：試料溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
119 操作するとき、2つのピークの分離度は1.2以上である。
- 120 システムの再現性：試料溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
121 で試験を6回繰り返すとき、アルガトロバンの2つに  
122 分離したピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以  
123 下である。
- 124 定量法 本品約0.5gを精密に量り、非水滴定用酢酸20mLに溶  
125 かし、非水滴定用アセトン40mLを加えた後、0.1mol/L過塩  
126 素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
127 を行い、補正する。
- 128 0.1mol/L過塩素酸1mL=50.86mg C<sub>23</sub>H<sub>36</sub>N<sub>6</sub>O<sub>5</sub>S
- 129 貯法
- 130 保存条件 遮光して保存する。
- 131 容器 気密容器。

# 1 L-アルギニン

## 1 L-アルギニン

2 L-Arginine



4 C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> : 174.20

5 (2S)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid

6 [74-79-3]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-アルギニン  
8 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいが  
10 ある。

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

13 本品は希塩酸に溶ける。

14 本品は吸湿性である。

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

19 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +26.9~+27.9°(乾燥後, 2g,  
20 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm).

21 pH (2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは10.5~  
22 12.0である。

### 23 純度試験

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

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

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

30 (4) アンモニウム (1.02) 本品0.25gをとり、試験を行う。  
31 比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)。  
32 ただし、本試験は減圧蒸留法により行う。

33 (5) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、水30mLに溶かし、  
34 フェノールフタレイン試液1滴を加え、希塩酸で中和し、更  
35 に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとし、試験を行う。比較  
36 液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

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

40 (7) 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
42 とする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
43 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
44 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
45 5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
46 製した薄層板にスポットする。次に2-プロパノール/アン  
47 モニア水(28)混液(7:3)を展開溶媒として約10cm展開した  
48 後、薄層板を80℃で30分間乾燥する。これにニンヒドリ  
49 ン・ブタノール試液を均等に噴霧した後、80℃で10分間加

50 熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
51 標準溶液から得たスポットより濃くない。

52 乾燥減量 (2.41) 0.30%以下(1g, 105℃, 3時間)。

53 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約80mgを精密に量り、ギ酸3mL  
55 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
56 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
57 補正する。

58 0.1mol/L過塩素酸1mL=8.710mg C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>

59 貯法 容器 気密容器。

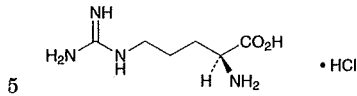
1 L-アルギニン塩酸塩

1 L-アルギニン塩酸塩

2 L-Arginine Hydrochloride

3 塩酸アルギニン

4 塩酸L-アルギニン



6  $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$  : 210.66

7 (2S)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid

8 monohydrochloride

9 [1119-34-2]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、L-アルギニン塩酸  
11 塩( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
13 わずかに特異な味がある。

14 本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール(95)に極めて  
15 溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
18 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
19 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
20 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
22 する。

23 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +21.5~+23.5°(乾燥後, 2g,  
24 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

25 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.7~  
26 6.2である。

27 純度試験

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

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

32 (3) アンモニウム(1.02) 本品0.25gをとり、試験を行う。  
33 比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)。  
34 ただし、本試験は減圧蒸留法により行う。

35 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
37 下)。

38 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 (6) 類縁物質 本品0.20gを水10mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mL  
42 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に25mL  
43 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
44 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
45 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
46 製した薄層板にスポットする。次にエタノール(99.5)/水/  
47 アンモニア水(28)/1-ブタノール混液(2:1:1:1)を展開  
48 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を100°Cで30分間乾  
49 燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等

50 に噴霧した後、80°Cで5分間加熱するとき、試料溶液から得  
51 た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポット  
52 より濃くない。

53 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 105°C, 3時間)。

54 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ギ酸2mL  
56 に溶かし、0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え、水浴上で  
57 30分間加熱する。冷後、酢酸(100)45mLを加え、過量の過  
58 塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位  
59 差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

60 0.1mol/L過塩素酸1mL=10.53mg  $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$

61 貯法 容器 気密容器。

1 L-アルギニン塩酸塩注射液

1 L-アルギニン塩酸塩注射液

2 L-Arginine Hydrochloride Injection

3 塩酸アルギニン注射液

4 塩酸L-アルギニン注射液

5 本品は水性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、L-アルギニン塩酸塩( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot$

7  $HCl$ : 210.66)9.5~10.5w/v%を含む。

8 製法

L-アルギニン塩酸塩	100g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

9 以上をとり、注射剤の製法により製する。

10 本品には保存剤を加えない。

11 性状 本品は無色澄明の液である。

12 確認試験

13 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLにニンヒドリン試液1mL  
14 を加え、3分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

15 (2) 本品の水溶液(1→10)5mLに水酸化ナトリウム試液  
16 2mL及び1-ナフトールのエタノール(95)溶液(1→1000)1~  
17 2滴を加え、5分間放置した後、次亜塩素酸ナトリウム試液1  
18 ~2滴を加えるとき、液は赤だいたい色を呈する。

19 pH (2.54) 5.0~6.0

20 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mL未満。

21 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

22 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

23 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

24 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
25 適合する。

26 定量法 本品20mLを正確に量り、7.5mol/L塩酸試液を加えて

27 正確に100mLとし、旋光度測定法 (2.49) により $20 \pm 1^\circ C$ 、

28 層長100mmで旋光度 $\alpha_D$ を測定する。

29 L-アルギニン塩酸塩( $C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$ )の量(mg)

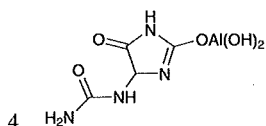
30  $= \alpha_D \times 4444$

31 貯法 容器 密封容器。

## 1 アルジオキサ

2 Aldioxa

3 ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート

4  $\text{H}_2\text{N}$ 5  $\text{C}_4\text{H}_7\text{AlN}_4\text{O}_5$  : 218.106 Dihydroxo(5-oxo-4-ureido-4,5-dihydro-1H-imidazol-  
7 2-yl)oxoaluminium

8 [5579-81-7]

9 本品はアラントインと水酸化アルミニウムとの縮合物であ  
10 る。11 本品を乾燥したものは定量するとき、アラントイン  
12 ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_3$  : 158.12)65.3~74.3%及びアルミニウム(Al :  
13 26.98)11.1~13.0%を含む。

14 性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

15 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん  
16 ど溶けない。

17 本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

18 融点 : 約230°C(分解)。

## 19 確認試験

20 (1) 本品0.2gに希塩酸10mLを加えて5分間煮沸し、これ  
21 に塩酸フェニルヒドラジニウム溶液(1→100)10mLを加え、  
22 冷後、ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液0.5mLを加えてよ  
23 く混和し、更に塩酸1mLを加えて振り混ぜるとき、液は赤  
24 色を呈する。25 (2) 本品0.2gに希塩酸10mLを加え、加温して溶かし、冷  
26 却した液はアルミニウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

## 27 純度試験

28 (1) 塩化物(1.03) 本品0.10gに希硝酸6mLを加え、振り  
29 混ぜながら5分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて50mL  
30 とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
31 0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.142%以下)。32 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.20gに希塩酸6mLを加え、振り  
33 混ぜながら5分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて50mL  
34 とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
35 0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下)。36 (3) 硝酸塩 本品0.10gに水5mL及び硫酸5mLを注意して  
37 加え、振り混ぜて溶かし、冷後、硫酸鉄(II)試液2mLを層積  
38 するとき、その接界面に褐色の輪帯を生じない。39 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gに塩酸3mL及び水3mLを加  
40 え、振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後、水浴  
41 上で蒸発乾固する。残留物に水30mLを加え、加温して振り  
42 混ぜ、冷後、ろ過し、ろ液に希酢酸2mL及び水を加えて  
43 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸  
44 3mLを蒸発乾固し、鉛標準液2.0mL、希酢酸2mL及び水を  
45 加えて50mLとする(20ppm以下)。46 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第2法により検液を調  
47 製し、試験を行う(2ppm以下)。

48 乾燥減量(2.41) 4.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

## 49 定量法

50 (1) アラントイン 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量  
51 り、希硫酸50mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加え  
52 て正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、窒素定  
53 量法(1.08)により試験を行う。54 0.005mol/L硫酸1mL=0.3953mg  $\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_3$ 55 (2) アルミニウム 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量  
56 り、希塩酸50mLを加え、注意しながら加熱して溶かし、冷  
57 後、希塩酸を加えて正確に100mLとする。この液4mLを正  
58 確に量り、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。  
59 別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて  
60 1mL中にアルミニウム(Al : 26.98)16.0~64.0 $\mu\text{g}$ を含むよう  
61 に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次  
62 の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、標準溶  
63 液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム  
64 含量を求める。

65 使用ガス :

66 可燃性ガス アセチレン

67 支燃性ガス 亜酸化窒素

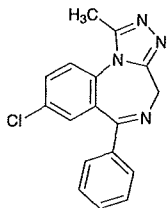
68 ランプ : アルミニウム中空陰極ランプ

69 波長 : 309.2nm

70 貯法 容器 密閉容器。

## 1 アルプラゾラム

## 2 Alprazolam



3

4  $C_{17}H_{13}ClN_4$  : 308.76

5 8-Chloro-1-methyl-6-phenyl-4H-

6 [1,2,4]triazolo[4,3-a][1,4]benzodiazepine

7 [28981-97-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アルプラゾラム  
9 ( $C_{17}H_{13}ClN_4$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品は希硝酸に溶ける。

## 15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本品0.05gを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム0.7mLに溶かし、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により $^1H$ を測定するとき、 $\delta$  2.6ppm付近に単一線のシグナルAを、 $\delta$  4.0ppm及び $\delta$  5.4ppm付近に二重線のシグナルB及びCを、 $\delta$  7.1~7.9ppmに幅広いシグナルDを示し、各シグナルの面積強度比A : B : C : Dはほぼ3 : 1 : 1 : 8である。

29 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑色を呈する。

31 融点(2.60) 228~232°C

## 32 純度試験

33 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gを希硝酸10mLに溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下)。

36 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

39 (3) 類縁物質 本品50mgをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板

46 にスポットする。次にアセトン/酢酸エチル/ヘキサン/エタノール(95)混液(4 : 2 : 2 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 60°C, 4時間)。

53 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、無水酢酸100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

57 0.1mol/L過塩素酸1mL=15.44mg  $C_{17}H_{13}ClN_4$

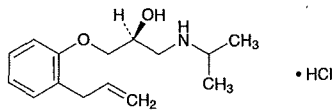
58 貯法 容器 密閉容器。



1 アルプレノロール塩酸塩

2 Alprenolol Hydrochloride

3 塩酸アルプレノロール



及び鏡像異性体

5  $C_{15}H_{23}NO_2 \cdot HCl$  : 285.81

6 (2*RS*)-1-(2-Allylphenoxy)-3-

7 [(1-methylethyl)amino]propan-2-ol monohydrochloride

8 [J3707-88-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アルプレノロール塩  
10 酸塩( $C_{15}H_{23}NO_2 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく、  
13 無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けな  
14 い。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→100)2mLに硫酸銅(II)試液0.05mL  
17 及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき、液は青紫色  
18 を呈する。この液にジエチルエーテル1mLを加え、よく振  
19 り混ぜて放置するとき、ジエチルエーテル層は赤紫色を呈す  
20 る。

21 (2) 本品0.05gを水5mLに溶かし、臭素試液1~2滴を加え、  
22 振り混ぜるとき、試液の色は消える。

23 (3) 本品のエタノール(95)溶液(1→10000)につき、紫外可  
24 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
25 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
26 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
27 める。

28 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
29 塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
30 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
31 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

32 (5) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
33 する。

34 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5~  
35 6.0である。

36 融点(2.60) 108~112°C

37 純度試験

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

40 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
41 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
42 下)。

43 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
44 製し、試験を行う(2ppm以下)。

45 (4) 類縁物質 本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
46 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
47 を加えて正確に100mLとする。この液2.5mLを正確に量り、  
48 エタノール(95)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。

49 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
50 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマ  
51 トグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポッ  
52 トする。次にジクロロメタン/アセトン/酢酸(100)/水混  
53 液(60:42:5:3)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
54 層板を風乾し、更に80°Cで30分間乾燥する。冷後、ヨウ素  
55 蒸気中に30分間放置するとき、試料溶液から得た主スポッ  
56 ト及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得た  
57 スポットより濃くない。

58 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

59 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
61 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
62 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
63 補正する。

64 0.1mol/L過塩素酸1mL=28.58mg  $C_{15}H_{23}NO_2 \cdot HCl$

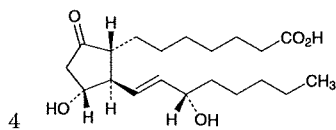
65 貯法 容器 密閉容器。

# 1 アルプロスタジル

## 1 アルプロスタジル

2 Alprostadil

3 プロスタグランジンE<sub>1</sub>



5 C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub> : 354.48

6 7-[(1R,2R,3R)-3-Hydroxy-2-[(1E,3S)-3-

7 hydroxyoct-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl]heptanoic acid

8 [745-65-3]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、アルプロスタジル  
10 (C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はエタノール(99.5)又はテトラヒドロフランに溶けや  
13 すく、アセトニトリルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

### 14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫  
16 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定す  
17 るとき、波長210nmから波長350nmの間に吸収を認めない。  
18 また、この液10mLに水酸化カリウム・エタノール試液1mL  
19 を加えて15分間放置した液につき、紫外可視吸光度測定法  
20 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
21 と本品の参照スペクトル又はアルプロスタジル標準品につい  
22 て同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者  
23 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
24 る。

25 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
27 本品の参照スペクトル又は乾燥したアルプロスタジル標準品  
28 のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
29 のところに同様の強度の吸収を認める。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -53~-61°(乾燥後, 25mg, テトラ  
31 ヒドロフラン, 5mL, 100mm)。

32 融点(2.60) 114~118°C

33 純度試験 類縁物質 本品4mgを液体クロマトグラフィー用ア  
34 セトニトリル/水混液(9:1)2mLに溶かし、試料溶液とする。  
35 この液0.5mLを正確に量り、液体クロマトグラフィー用アセ  
36 トニトリル/水混液(9:1)を加えて正確に10mLとする。こ  
37 の液2mLを正確に量り、液体クロマトグラフィー用アセト  
38 ニトリル/水混液(9:1)を加えて正確に10mLとし、標準溶  
39 液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次  
40 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
41 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
42 るとき、試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間  
43 約0.70及び約1.26のピーク面積は、標準溶液のアルプロスタ  
44 ジルのピーク面積の1/2より大きくなく、試料溶液のアル  
45 プロスタジルに対する相対保持時間約0.88及び約1.18のピー  
46 ク面積は、標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積より大  
47 きくなく、試料溶液のアルプロスタジル及び上記のピーク以  
48 外のピークの面積は、標準溶液のアルプロスタジルのピーク

49 面積の1/10より大きくない。また、試料溶液のアルプロス  
50 タジル以外のピークの合計面積は、標準溶液のアルプロスタ  
51 ジルのピーク面積の2倍より大きくない。

### 52 試験条件

53 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
54 の試験条件を準用する。

55 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からアルプロスタジル  
56 の保持時間の約5倍の範囲

### 57 システム適合性

58 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

59 検出の確認: 標準溶液2mLを正確に量り、液体クロマ  
60 トグラフィー用アセトニトリル/水混液(9:1)を加え  
61 て正確に20mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たアルプロ  
62 スタジルのピーク面積が標準溶液のアルプロスタジル  
63 のピーク面積の7~13%になることを確認する。

64 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
65 試験を6回繰り返すとき、アルプロスタジルのピーク  
66 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

67 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.1g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
68 間)。

69 定量法 本品及びアルプロスタジル標準品を乾燥し、その約  
70 5mgずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確  
71 に加えて溶かし、それぞれに液体クロマトグラフィー用アセ  
72 トニトリル/水混液(9:1)を加えて50mLとし、試料溶液及  
73 び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の  
74 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
75 内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク  
76 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

77 アルプロスタジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

78  $M_S$ : アルプロスタジル標準品の秤取量(mg)

79 内標準溶液 フタル酸ジメチルの液体クロマトグラフィー  
80 用アセトニトリル/水混液(9:1)溶液(1→10000)

### 81 試験条件

82 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 196nm)

83 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
84 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
85 リカゲルを充てんする。

86 カラム温度: 40°C付近の一定温度

87 移動相: リン酸二水素カリウム9.07gを水に溶かして  
88 1000mLとした液に、無水リン酸一水素ナトリウム  
89 9.46gを水に溶かして1000mLとした液を加えて  
90 pH6.3に調整する。この液を水で10倍に薄める。この  
91 液360mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリ  
92 ル110mL及び液体クロマトグラフィー用メタノール  
93 30mLを加える。

94 流量: アルプロスタジルの保持時間が約10分になるよ  
95 うに調整する。

### 96 システム適合性

97 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
98 作するとき、アルプロスタジル、内標準物質の順に溶  
99 出し、その分離度は9以上である。

100 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

## 2 アルプロスタジル

- 101 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
102 対するアルプロスタジルのピーク面積の比の相対標準  
103 偏差は1.0%以下である。
- 104 貯法
- 105 保存条件 遮光して、5℃以下で保存する。
- 106 容器 気密容器。

## 1 アルプロスタジル注射液

## 2 Alprostadil Injection

3 本品は乳濁性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の80.0～125.0%に対応する  
5 アルプロスタジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>: 354.48)を含む。

6 製法 本品は「アルプロスタジル」をとり、注射剤の製法によ  
7 り製する。

8 性状 本品は白色の乳濁液で、わずかに粘性があり、特異にな  
9 おいがある。

10 確認試験 本品の表示量に従い「アルプロスタジル」10μgに  
11 対応する容量をとり、アセトニトリル2mLを加えてよく振  
12 り混ぜた後、遠心分離する。上澄液3.5mLに薄めたリン酸(1  
13 →1000)7mLを加え、この液をあらかじめメタノール10mL  
14 及び水10mLで順次洗ったカラム(70μmの前処理用オクタデ  
15 シルシリル化シリカゲル0.4gを内径10mm、長さ9mmのク  
16 ロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れる。こ  
17 のカラムを水10mL及び石油エーテル20mLで順次洗った後、  
18 メタノール/水混液(4:1)2.5mLで流出させる。流出液は減  
19 圧で溶媒を留去し、残留物を酢酸エチル100μLに溶かし、試  
20 料溶液とする。別にアルプロスタジル標準品1mgを酢酸エチ  
21 ル10mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
22 層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
23 の全量及び標準溶液100μLを薄層クロマトグラフィー用シリ  
24 カゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エ  
25 チル/エタノール(99.5)/酢酸(100)混液(100:5:1)を展開  
26 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに  
27 リンモリブデン酸*n*水和物のエタノール(99.5)溶液(1→10)を  
28 均等に噴霧し、100°Cで5分間加熱するとき、標準溶液から  
29 得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たス  
30 ポットは暗青色を呈する。

31 pH 別に規定する。

## 32 純度試験

33 (1) 重金属(1.07) 本品4.0mLをとり、第2法により操作  
34 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm  
35 以下)。

36 (2) プロスタグランジンA<sub>1</sub>定量法で得た試料溶液を試料  
37 溶液とする。別にプロスタグランジンA<sub>1</sub>をデンケーター(減  
38 圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約10mgを精密に量  
39 り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に100mLとする。この  
40 液2.5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとする。  
41 この液1mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、  
42 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液40μLにつき、次の  
43 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
44 内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジンA<sub>1</sub>の  
45 ピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め、次式によりアルプロスタ  
46 ジルに換算したプロスタグランジンA<sub>1</sub>の量を求めるとき、  
47 本品のアルプロスタジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)5μgに対応する容量当た  
48 り3.0μg以下である。

49 アルプロスタジルに換算したプロスタグランジン

50 A<sub>1</sub>(C<sub>20</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>)の量(μg)

51  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2 \times 1.054$

52 M<sub>S</sub>: プロスタグランジンA<sub>1</sub>の秤取量(mg)

53 内標準溶液 1-ナフトール50mgをエタノール  
54 (99.5)20mLに溶かす。この液3mLに移動相を加えて  
55 100mLとする。

56 試験条件

57 定量法の試験条件を準用する。

58 システム適合性

59 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ  
60 ム適合性を準用する。

61 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
62 えて正確に5mLとする。この液40μLから得たプロス  
63 タグランジンA<sub>1</sub>のピーク面積が、標準溶液のプロス  
64 タグランジンA<sub>1</sub>のピーク面積の14～26%になること  
65 を確認する。

66 (3) 過酸化物質 本品4mLを正確に量り、共栓フラスコに  
67 入れ、あらかじめ30分間窒素置換を行った酢酸(100)/イソ  
68 オクタン混液(3:2)15mLを加え、静かに振り混ぜて溶かす。  
69 この液に、飽和ヨウ化カリウム試液0.5mLを加え、容器内を  
70 窒素置換し、正確に5分間振り混ぜる。次にデンプン試液  
71 0.5mLを加え、激しく振り混ぜた後、水15mLを加え、激し  
72 く振り混ぜる。この液を、窒素気流下で、液の色が消えるま  
73 で0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する。別に  
74 水4mLを用い、同様の方法で空試験を行い、補正する。次  
75 式により過酸化物質の量を求めるとき、0.5meq/L以下である。

76 過酸化物質の量(meq/L) =  $V \times 2.5$

77 V: 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

78 (4) 遊離脂肪酸 本品3mLを正確に量り、2-プロパノール  
79 /ヘプタン/0.5mol/L硫酸試液混液(40:10:1)15mLを  
80 正確に加えて1分間振り混ぜる。10分間放置した後、ヘプタ  
81 ン9mL及び水9mLをそれぞれ正確に加え、試験管を10回倒  
82 立して振り混ぜた後、15分間放置し、上層液9mLを正確に  
83 とる。この液に、ヘプタンで5回洗ったナイルブルー溶液(1  
84 →5000)1容量に9容量のエタノール(99.5)を加えた液3mLを  
85 加え、試料溶液とする。この液を、窒素気流下で0.02mol/L  
86 水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。別にオレイン酸  
87 5.65gをヘプタンに溶かし正確に200mLとし、標準溶液とす  
88 る。標準溶液25mLを正確に量り、フェノールフタレイン試  
89 液2滴を加え、0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で淡  
90 赤色を呈するまで滴定(2.50)し、補正係数*f*を求め、標準  
91 溶液30mLを正確に量り、ヘプタンを加えて200mLとする。  
92 この液3mLを正確に量り、2-プロパノール/ヘプタン/  
93 0.5mol/L硫酸試液混液(40:10:1)15mLを正確に加えて1分  
94 間振り混ぜる。10分間放置した後、ヘプタン6mL及び水  
95 12mLをそれぞれ正確に加え、試験管を10回倒立して振り混  
96 ぜた後、以下試料溶液と同様の方法で滴定(2.50)する。試  
97 料溶液及び標準溶液の0.02mol/L水酸化ナトリウム液の消費  
98 量(mL)をそれぞれV<sub>T</sub>及びV<sub>S</sub>とすると、遊離脂肪酸の量は、  
99 12.0meq/L以下である。

100 遊離脂肪酸の量(meq/L) =  $V_T / V_S \times f \times 15$

101 エンドトキシン(4.01) 10EU/mL未満。

102 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

2 アルプロスタジル注射液

103 不溶性異物 (4.06) 第1法により試験を行うとき、たやすく検  
 104 出される異物を認めない。  
 105 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
 106 適合する。ただし、本品にポリソルベート80 0.1gに水を加  
 107 えて100mLとした液を等量加えた液を試料溶液とする。  
 108 粒子径 別に規定する。  
 109 定量法 本品のアルプロスタジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)5μgに対応する容  
 110 量を正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加えて振り混ぜ、  
 111 試料溶液とする。別にアルプロスタジル標準品をデシケーター  
 112 (減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約5mgを精密に  
 113 量り、エタノール(99.5)に溶かし正確に50mLとし、標準原  
 114 液とする。標準原液2.5mLを正確に量り、移動相を加えて正  
 115 確に50mLとし、この液1mLを正確に量り、内標準溶液1mL  
 116 を正確に加えて、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
 117 40μLにつき、次の条件で自動前処理装置付き液体クロマト  
 118 グラフ装置(ポストカラム反応を用いる)を用いて、液体クロ  
 119 マトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピー  
 120 ク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比 $Q_T$ 及  
 121 び $Q_S$ を求める。  
 122 アルプロスタジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)の量(μg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$   
 123  $M_S$ : アルプロスタジル標準品の秤取量(mg)  
 124 内標準溶液 1-ナフトール50mgをエタノール  
 125 (99.5)20mLに溶かす。この液3mLに移動相を加えて  
 126 100mLとする。  
 127 試験条件  
 128 装置: 移動相、反応試薬送液用の二つのポンプ、自動前  
 129 処理装置、カラム、反応コイル、検出器並びに記録装  
 130 置よりなり、反応コイルは恒温に保たれるものを用い  
 131 る。  
 132 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 278nm)  
 133 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
 134 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
 135 リカゲルを充てんする。  
 136 カラム温度: 60°C付近の一定温度  
 137 反応コイル: 内径0.5mm、長さ10mのポリテトラフル  
 138 オロエチレン製チューブ  
 139 移動相: リン酸二水素カリウム9.07gを水に溶かして  
 140 1000mLとした液に、無水リン酸水素二ナトリウム  
 141 9.46gを水に溶かして1000mLとした液を加えて  
 142 pH6.3に調整する。この液1容量に水9容量を加える。  
 143 この液3容量に液体クロマトグラフィー用アセトニト  
 144 リル1容量を加える。  
 145 反応試薬: 水酸化カリウム試液  
 146 反応温度: 60°C付近の一定温度  
 147 移動相流量: アルプロスタジルの保持時間が約7分にな  
 148 るように調整する。  
 149 反応試薬流量: 毎分0.5mL  
 150 自動前処理装置: 前処理カラム、前処理カラム洗浄液送  
 151 液用ポンプ及び二つの高圧流路切り替えバルブよりな  
 152 る。  
 153 前処理カラム: 内径4mm、長さ2.5cmのステンレス管  
 154 に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシ

リル化シリカゲルを充てんする。  
 前処理カラム洗浄液: エタノール(99.5)  
 洗浄液の流量: 毎分2.0mL付近の一定流量  
 流路設定条件: 図に示す各高圧切り替えバルブを次のよ  
 うに切り換える。

		切り換え時間(分)				
バルブ	0	9.0	9.1	*1)	*2)	
RVA	0	0	1	0	0	
RVB	0	1	1	1	0	

\*1): 内標準物質が完全に溶出した時間以降とする。  
 \*2): \*1)の時間の0.1分後とする。

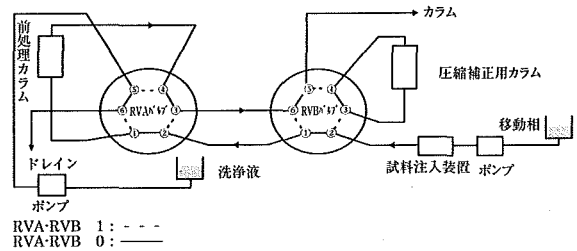


図 自動前処理装置の構成

システム適合性

163 システム適合性  
 164 システムの性能: プロスタグランジンA<sub>1</sub>をデシケーター  
 165 (減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その10mgを  
 166 エタノール(99.5)に溶かし100mLとした液2.5mLに標  
 167 準原液2.5mLを加え、移動相を加えて50mLとする。  
 168 この液1mLに内標準溶液1mLを加えた液40μLにつき、  
 169 上記の条件で操作するとき、アルプロスタジル、プロ  
 170 スタグランジンA<sub>1</sub>、内標準物質の順に溶出し、アル  
 171 プロスタジルとプロスタグランジンA<sub>1</sub>の分離度は10  
 172 以上であり、プロスタグランジンA<sub>1</sub>と内標準物質の  
 173 分離度は2.0以上である。  
 174 システムの再現性: 標準溶液40μLにつき、上記の条件  
 175 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質に対するアル  
 176 プロスタジルのピーク面積の比の相対標準偏差は  
 177 2.0%以下である。  
 178

貯法

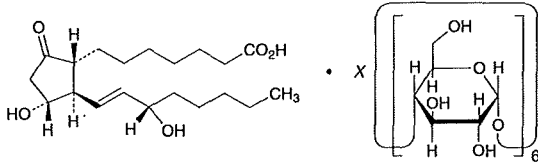
179 保存条件 遮光して、凍結を避け5°C以下で保存する。  
 180 容器 密封容器。  
 181

1 アルプロスタジル アルファデクス

2 Alprostadil Alfadex

3 アルプロスタジルアルファデクス

4 プロスタグランジンE<sub>1</sub> α-シクロデキストリン包接化合物



6 C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub> · xC<sub>36</sub>H<sub>60</sub>O<sub>30</sub>

7 7-[(1*R*,2*R*,3*R*)-3-Hydroxy-2-[(1*E*,3*S*)-3-hydroxyoct-1-  
8 en-1-yl]-5-oxocyclopentyl]heptanoic acid-α-cyclodextrin  
9 [55648-20-9]

10 本品はアルプロスタジルの α-シクロデキストリン包接  
11 化合物である。

12 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アルプロス  
13 タジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub> : 354.48)2.8~3.2%を含む。

14 性状 本品は白色の粉末である。

15 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)、酢酸エチル又は  
16 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品0.02gを水5mLに溶かし、酢酸エチル5mLを加え  
20 て振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、試料溶液(1)  
21 とする。別に本品0.02gに酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜ  
22 た後、遠心分離して上澄液をとり、試料溶液(2)とする。こ  
23 れらの液につき、溶媒を減圧で留去し、残留物に硫酸2mL  
24 を加えて5分間振り混ぜるとき、試料溶液(1)から得た液はだ  
25 いたい黄色を呈するが、試料溶液(2)から得た液は呈しない。

26 (2) 本品0.02gを水5mLに溶かし、酢酸エチル5mLを加え  
27 て振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、溶媒を減圧で  
28 留去する。残留物をエタノール(95)2mLに溶かし、1,3-ジ  
29 ニトロベンゼン試液5mLを加え、氷冷しながら水酸化カリ  
30 ウムのエタノール(95)溶液(17→100)5mLを加えた後、氷冷  
31 して暗所に20分間放置するとき、液は紫色を呈する。

32 (3) 本品0.05gにヨウ素試液1mLを加え、水浴中で加熱し  
33 て溶かし、放置するとき、暗青色の沈殿を生じる。

34 (4) 本品の希エタノール溶液(3→10000)につき、紫外可  
35 視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定すると  
36 き、波長220~400nmの範囲に吸収を認めない。また、この  
37 液10mLに水酸化カリウム・エタノール試液1mLを加えて15  
38 分間放置した液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) によ  
39 り吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照  
40 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長の  
41 ところに同様の強度の吸収を認める。

42 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +126~+138°(脱水物に換算したも  
43 の0.1g, 希エタノール, 20mL, 100mm)。

44 pH (2.54) 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは4.0~  
45 5.0である。

46 純度試験

47 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かした液は無色である。  
48 更にこの液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試  
49 験を行うとき、波長450nmにおける吸光度は0.10以下であ  
50 る。ただし、試験は溶液調製後、30分間以内に行う。

51 (2) プロスタグランジンA<sub>1</sub> 本品0.10gをとり、水5mLに  
52 溶かし、内標準溶液5mLを正確に加え、エタノール(95)を加  
53 えて15mLとし、試料溶液とする。別にプロスタグランジン  
54 A<sub>1</sub> 1.5mgをとり、エタノール(95)に溶かし、正確に100mL  
55 とする。この液3mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確  
56 に加え、エタノール(95)2mL及び水を加えて15mLとし、標  
57 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、定量法  
58 の操作条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を  
59 行い、内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジン  
60 A<sub>1</sub>のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求めるとき、Q<sub>T</sub>はQ<sub>S</sub>より  
61 大きくない。

62 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール  
63 溶液(1→15000)

64 (3) 類縁物質 本品0.10gをとり、水3mLに溶かし、酢酸  
65 エチル3mLを正確に加えて振り混ぜた後、遠心分離して上  
66 層液をとり、試料溶液とする。別にプロスタグランジンA<sub>1</sub>  
67 1.0mgをとり、酢酸エチルに溶かし、正確に100mLとし、  
68 標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ  
69 ー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μL  
70 ずつを、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し  
71 た薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸  
72 (100)混液(10 : 2 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
73 薄層板を風乾する。これにリンモリブデン酸n水和物のエタ  
74 ノール(95)溶液(1→4)を均等に噴霧し、100°Cで5分間加熱す  
75 るとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットで標準  
76 溶液から得たスポットに対応する位置のスポット以外のスポ  
77 ットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

78 水分 (2.48) 6.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

79 定量法 本品約0.1gを精密に量り、水5mLに溶かし、内標準  
80 溶液5mLを正確に加え、エタノール(95)を加えて15mLとし、  
81 試料溶液とする。別にアルプロスタジル標準品約3mgを精密  
82 に量り、エタノール(95)5mLに溶かし、内標準溶液5mLを  
83 正確に加え、水を加えて15mLとし、標準溶液とする。試料  
84 溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグ  
85 ラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面  
86 積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を  
87 求める。

88 アルプロスタジル(C<sub>20</sub>H<sub>34</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

89 M<sub>S</sub> : アルプロスタジル標準品の秤取量(mg)

90 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール  
91 溶液(1→15000)

92 操作条件

93 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 205nm)

94 カラム : 内径約5mm, 長さ約15cmのステンレス管に  
95 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
96 ル化シリカゲルを充てんする。

97 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

98 移動相 : 0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセト

## 2 アルプロスタジル アルファデクス

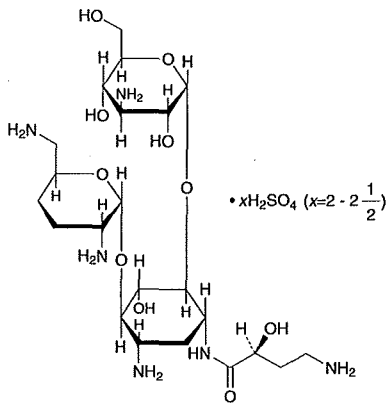
- 99 ニトリル混液(3 : 2)
- 100 流量：アルプロスタジルの保持時間が約6分になるよう  
101 に調整する。
- 102 カラムの選定：本品約0.1gを水5mLに溶かし，プロス  
103 タグランジンA<sub>1</sub>のエタノール(95)溶液(3→  
104 200000)5mL及び内標準溶液5mLを加えた液10μLに  
105 つき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，  
106 内標準物質，プロスタグランジンA<sub>1</sub>の順に溶出し，  
107 それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。
- 108 貯法
- 109 保存条件 遮光して，5℃以下で保存する。
- 110 容器 気密容器。
- 111 有効期限 製造後24箇月。

# 1 アルベカシン硫酸塩

## 1 アルベカシン硫酸塩

2 Arbekacin Sulfate

3 硫酸アルベカシン



4

5 C<sub>22</sub>H<sub>44</sub>N<sub>6</sub>O<sub>10</sub> · xH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (x=2- $\frac{1}{2}$ )

6 3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-

7 [2,6-diamino-2,3,4,6-tetrahydroxy-α-D-erythro-

8 hexopyranosyl-(1→4)]-1-N-[(2S)-4-amino-2-

9 hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

10 [51025-85-5, アルベカシン]

11 本品は、ジベカシンの誘導体の硫酸塩である。

12 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり670～  
13 750μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アルベカシン  
14 (C<sub>22</sub>H<sub>44</sub>N<sub>6</sub>O<sub>10</sub> : 552.62)としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は白色の粉末である。

16 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にほとん  
17 ど溶けない。

### 18 確認試験

19 (1) 本品及びアルベカシン硫酸塩標準品10mgずつを水  
20 1mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液  
21 につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
22 試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
23 シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にア  
24 ンモニア水(28)/メタノール/クロロホルム/エタノール  
25 (95)混液(7:6:4:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
26 薄層板を風乾する。これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1-ブ  
27 タノール試液を均等に噴霧し、100℃で10分間加熱するとき、  
28 試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポット  
29 は紫褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

30 (2) 本品の水溶液(1→50)は硫酸塩の定性反応(1) (1.09) を  
31 呈する。

32 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +69～+79°(乾燥後, 0.25g, 水,  
33 25mL, 100mm)。

34 pH (2.54) 本品0.75gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～  
35 8.0である。

### 36 純度試験

37 (1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
38 明である。

39 (2) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
40 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

41 下)。

42 (3) ジベカシン 本品約20mgを精密に量り、内標準溶液  
43 10mLを正確に加えて溶かした後、水を加えて20mLとし、  
44 試料溶液とする。別にジベカシン硫酸塩標準品約10mg(力  
45 価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に50mL  
46 とする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確  
47 に加えた後、水を加えて20mLとし、標準溶液とする。試料  
48 溶液及び標準溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラ  
49 フィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積  
50 に対するジベカシンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。  
51 次式によりジベカシンの量を求めるとき、2.0%以下である。

52 ジベカシンの量(%) =  $M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1 / 10 \times 100$

53 M<sub>S</sub> : ジベカシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

54 M<sub>T</sub> : 本品の秤取量(mg)

55 内標準溶液 硫酸ベカナマイシン溶液(1→2000)

### 56 試験条件

57 検出器 : 蛍光検出器(励起波長 : 340nm, 蛍光波長 :  
58 460nm)

59 カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
60 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
61 リカゲルを充てんする。

62 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

63 反応コイル : 内径約0.3mm, 長さ約3mの管

64 反応コイル温度 : 50℃付近の一定温度

65 移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム8.70g及び  
66 無水硫酸ナトリウム8.52gを水980mLに溶かし、酢酸  
67 (100)を加えてpH4.0に調整した後、水を加えて  
68 1000mLとする。この液230mLにメタノール20mLを  
69 加える。

70 反応試薬 : ホウ酸12.36gを水960mLに溶かし、*o*-フタル  
71 アルデヒド0.4gをエタノール(99.5)10mLに溶かし  
72 た液を加え、8mol/L水酸化カリウム試液を加えて  
73 pH10.5に調整し、水を加えて1000mLとする。更に、  
74 この液に2-メルカプトエタノール1mLを加える。

75 反応温度 : 50℃付近の一定温度

76 移動相流量 : 毎分0.5mL

77 反応液流量 : 毎分1mL

### 78 システム適合性

79 システムの性能 : 本品, 硫酸ベカナマイシン及び硫酸ジ  
80 ベカシン20mgずつをとり、水200mLに溶かす。この  
81 液5μLにつき、上記の条件で操作するとき、ベカナマ  
82 イシン, アルベカシン, ジベカシンの順に溶出し、ベ  
83 カナマイシンとアルベカシンの分離度は5以上であり、  
84 アルベカシンとジベカシンの分離度は1.5以上である。  
85 システムの再現性 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
86 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
87 対するジベカシンのピーク面積の比の相対標準偏差は  
88 2.0%以下である。

89 (4) 類縁物質 本品20mgを水20mLに溶かし、試料溶液  
90 とする。この液3mLを正確に量り、水を加えて正確に  
91 250mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μL  
92 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー



## 2 アルベカシン硫酸塩

93 (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
94 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアルベカシ  
95 ン及びジベカシンのピーク以外のピークの合計面積は、標準  
96 溶液のアルベカシンのピーク面積より大きくない。

### 97 試験条件

98 検出器、カラム、カラム温度、反応コイル、反応コイル  
99 温度、移動相、反応試薬、反応温度、移動相流量及び  
100 反応液流量は純度試験(3)の試験条件を準用する。

101 面積測定範囲：アルベカシンの保持時間の約1.5倍の範  
102 囲

### 103 システム適合性

104 システムの性能：本品及び硫酸ジベカシン10mgずつを  
105 水200mLに溶かす。この液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
106 で操作するとき、アルベカシン、ジベカシンの順に溶  
107 出し、その分離度は1.5以上である。

108 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 試験を6回繰り返すとき、アルベカシンのピーク面積  
110 の相対標準偏差は5.0%以下である。

111 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(0.5g、減圧・0.67kPa以下、60 $^{\circ}$ C、  
112 3時間)。

113 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
114 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

115 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

116 (ii) 培地 培地(1)の1)の i を用いる。ただし、滅菌後の  
117 pHは7.8~8.0とする。

118 (iii) 標準溶液 アルベカシン硫酸塩標準品を乾燥し、その  
119 約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたpH6.0の  
120 リン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし、標準原  
121 液とする。標準原液は5~15 $^{\circ}$ Cに保存し、30日以内に使用す  
122 る。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリ  
123 ン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を  
124 含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

125 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
126 り、水に溶かして正確に50mLとする。この液適量を正確に  
127 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
128 20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶  
129 液及び低濃度試料溶液とする。

130 貯法 容器 気密容器。

## 1 アルベカシン硫酸塩注射液

### 1 アルベカシン硫酸塩注射液

2 Arbekacin Sulfate Injection

3 硫酸アルベカシン注射液

4 本品は、水溶性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に

6 対応するアルベカシン( $C_{22}H_{44}N_6O_{10}$  : 552.62)を含む。

7 製法 本品は「アルベカシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法に  
8 より製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品0.2mLに水1mLを加えて試料溶液とする。ア  
11 ルベカシン硫酸塩標準品10mgを水1mLに溶かし、標準溶液  
12 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
13 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lずつ  
14 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
15 層板にスポットする。次にアンモニア水(28)/メタノール/  
16 クロロホルム/エタノール(95)混液(7 : 6 : 4 : 1)を展開溶媒  
17 として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに0.2%  
18 ニンヒドリン・水飽和1-ブタノール試液を均等に噴霧し、  
19 80°Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット  
20 及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し、それらの  
21  $R_f$ 値は等しい。

22 浸透圧比 (2.47) 0.8～1.2(筋肉内に投与する注射液)。

23 pH (2.54) 6.0～8.0

24 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mg(力価)未満。

25 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

26 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

28 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
29 適合する。

30 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
31 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

32 (i) 試験菌、培地及び標準溶液は「アルベカシン硫酸塩」  
33 の定量法を準用する。

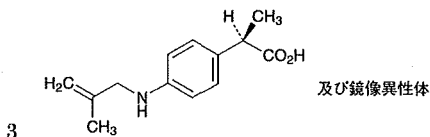
34 (ii) 試料溶液 「アルベカシン硫酸塩」約20mg(力価)に対  
35 応する容量を正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。

36 この液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液  
37 を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製  
38 し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

39 貯法 容器 密封容器。

1 アルミノプロフェン

2 Alminoprofen



4 C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub> : 219.28

5 (2*RS*)-2-[[4-(2-Methylprop-2-en-1-

6 yl)amino]phenyl]propanoic acid

7 [39718-89-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アルミノプロフェン  
9 (C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はエタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく、水に  
12 極めて溶けにくい。

13 本品は光により徐々に茶褐色となる。

14 本品のエタノール(99.5)溶液(1→10)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(3→500000)につき、紫  
17 外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
19 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
20 認める。

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

25 融点 (2.60) 106~108°C

26 純度試験

27 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
29 下)。

30 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
31 製し、試験を行う(2ppm以下)。

32 (3) 類縁物質 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本  
33 品50mgを移動相100mLに溶かし、試料溶液とする。この液  
34 2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標  
35 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり、  
36 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
37 う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測  
38 定するとき、試料溶液のアルミノプロフェン以外のピークの  
39 面積は、標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積の1/  
40 5より大きくない。また、試料溶液のアルミノプロフェン以  
41 外のピークの合計面積は、標準溶液のアルミノプロフェンの  
42 ピーク面積より大きくない。

43 試験条件

44 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

45 カラム：内径6.0mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
46 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
47 リカゲルを充てんする。

48 カラム温度：25°C付近の一定温度

49 移動相：メタノール/薄めた酢酸(100)(1→1000)混液  
50 (4 : 1)

51 流量：アルミノプロフェンの保持時間が約5分になるよ  
52 うに調整する。

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルミノプロフェ  
54 ンの保持時間の約5倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
57 えて正確に10mLとする。この液5μLから得たアルミ  
58 ノプロフェンのピーク面積が、標準溶液のアルミノ  
59 プロフェンのピーク面積の7~13%になることを確認す  
60 る。

61 システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ブチル  
62 10mgずつをメタノール100mLに溶かす。この液  
63 10mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に  
64 50mLとする。この液5μLにつき、上記の条件で操作  
65 するとき、アルミノプロフェン及びパラオキシ安息香  
66 酸ブチルの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。  
67 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
68 試験を6回繰り返すとき、アルミノプロフェンのピー  
69 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、1時間)。

71 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
73 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
74 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

75 0.1mol/L過塩素酸1mL=21.93mg C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>

76 貯法

77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 密閉容器。

## 1 アルミノプロフェン錠

## 2 Alminoprofen Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 アルミノプロフェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>: 219.28)を含む。

5 製法 本品は「アルミノプロフェン」をとり、錠剤の製法によ  
6 り製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アルミノプロフェ  
8 ン」30mgに対応する量を取り、エタノール(99.5)を加えて  
9 100mLとし、よく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液  
10 2mLにエタノール(99.5)を加えて100mLとした液につき、紫  
11 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定す  
12 るとき、波長253～257nm及び298～302nmに吸収の極大を  
13 示す。

14 純度試験 類縁物質 本操作は、遮光した容器を用いて行う。  
15 本品10個をとり、粉末とし、表示量に従い「アルミノプロ  
16 フェン」50mgに対応する量を取り、移動相50mLを加えて  
17 15分間振り混ぜた後、移動相を加えて正確に100mLとした  
18 後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液2mLを  
19 正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標準溶液  
20 とする。試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり、次の  
21 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により、試験を行う。  
22 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
23 るとき、試料溶液のアルミノプロフェン以外のピーク的面積  
24 は、標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積の1/2よ  
25 り大きくない。また、試料溶液のアルミノプロフェン以外の  
26 ピークの合計面積は、標準溶液のアルミノプロフェンのピー  
27 ク面積の2倍より大きくない。

## 試験条件

29 「アルミノプロフェン」の純度試験(3)の試験条件を準  
30 用する。

## システム適合性

32 「アルミノプロフェン」の純度試験(3)のシステム適合  
33 性を準用する。

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

36 本品1個をとり、水5mLを加え、振り混ぜて崩壊させ、エ  
37 タノール(99.5)50mLを加えて20分間振り混ぜた後、エタ  
38 ノール(99.5)を加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上澄  
39 液3mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に  
40 50mLとした液V mLを正確に量り、1mL中にアルミノプロ  
41 フェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)約6μgを含む液となるようにエタノール  
42 (99.5)を加え、正確にV' mLとし、試料溶液とする。以下定  
43 量法を準用する。

44 アルミノプロフェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$45 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/3$$

46 M<sub>S</sub>: 定量用アルミノプロフェンの秤取量(mg)

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

50 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
51 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ

52 一でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
53 正確に量り、表示量に従い1mL中にアルミノプロフェン  
54 (C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)約8.9μgを含む液となるように0.05mol/L水酸化  
55 ナトリウム試液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とす  
56 る。別に定量用アルミノプロフェンを酸化リン(V)を乾燥剤  
57 として1時間減圧乾燥し、その約30mgを精密に量り、  
58 0.05mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に100mLと  
59 する。この液3mLを正確に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウ  
60 ム試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
61 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
62 より試験を行い、波長245nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
63 定する。

64 アルミノプロフェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率  
65 (%)

$$66 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27$$

67 M<sub>S</sub>: 定量用アルミノプロフェンの秤取量(mg)

68 C: 錠中のアルミノプロフェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

69 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
70 とする。アルミノプロフェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)約60mgに対応す  
71 る量を精密に量り、エタノール(99.5)を加えてよく振り混ぜ  
72 た後、エタノール(99.5)を加えて正確に200mLとし、遠心分  
73 離する。上澄液2mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加  
74 えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別に定量用アルミ  
75 ノプロフェンを酸化リン(V)を乾燥剤として1時間減圧乾燥  
76 し、その約30mgを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、  
77 正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、エタノ  
78 ール(99.5)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
79 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
80 より、波長255nm付近における吸収の極大波長で吸光度A<sub>T</sub>  
81 及びA<sub>S</sub>を測定する。

82 アルミノプロフェン(C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$83 = M_S \times A_T / A_S \times 2$$

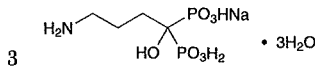
84 M<sub>S</sub>: 定量用アルミノプロフェンの秤取量(mg)

85 貯法 容器 密閉容器。

1 アレンドロン酸ナトリウム水和物

1 アレンドロン酸ナトリウム水和物

2 Alendronate Sodium Hydrate



4 C<sub>4</sub>H<sub>12</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub> · 3H<sub>2</sub>O : 325.12

5 Monosodium trihydrogen 4-amino-1-hydroxybutane-1,1-  
6 dihydridiphosphonate trihydrate

7 [121268-17-5]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アレンドロ  
9 ン酸ナトリウム(C<sub>4</sub>H<sub>12</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub> : 271.08)99.0~101.0%を  
10 含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど  
13 溶けない。

14 本品は0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液に溶ける。

15 融点：約252°C(分解、ただし乾燥後)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→50)5mLにニヒドリン試液1mLを  
18 加えて加熱するとき、液は青紫色を呈する。

19 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
20 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
21 品の参照スペクトル又はアレンドロン酸ナトリウム標準品の  
22 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
23 ところに同様の強度の吸収を認める。

24 (3) 本品0.1gをとり、これに硝酸/過塩素酸混液(1 :  
25 1)10mLを加えて加熱し、約1mLまで蒸発させる。熱時、水  
26 約10mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(2→5)で中和する。  
27 この液は、リン酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

28 (4) 本品の水溶液(1→100)は、ナトリウム塩の定性反応  
29 (1.09)を呈する。

30 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに  
31 溶かした液のpHは4.0~5.0である。

32 純度試験

33 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをケルダールフラスコにと  
34 り、硝酸/硫酸混液(5 : 4)9mLを加え、液が褐色になるまで  
35 加熱する。冷後、硝酸/硫酸混液(5 : 4)9mLを加え、液の色  
36 が無色から褐色になるまで再び加熱する。冷後、硝酸2mL  
37 を加え、褐色の発煙が終わるまで強熱し、多量の白煙が生じ  
38 るまで加熱する。冷後、水5mL及び過酸化水素(30)1mLを  
39 注意して加え、再び加熱し、白煙が生じなくなった後、5分  
40 間加熱を続ける。冷後、液の色の黄色がわずかでも残ってい  
41 るときは、硝酸2mLを加え、以下、同様に操作する。冷後、  
42 ケルダールフラスコ内の液をビーカーにとり、水5mLでケ  
43 ルダールフラスコ内を共洗いし、その洗液を加えた後、アン  
44 モニア水(28)を加えてpH3~5に調整し、ネスラー管に入れ、  
45 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
46 較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標  
47 準液1.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)。

48 (2) 類縁物質 本品15mgをとり、0.1mol/Lクエン酸三ナ  
49 トリウム試液25mLに溶かし、試料原液とする。この液5mL  
50 を正確に量り、0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加え

51 て正確に50mLとする。更にこの液1mLを正確に量り、  
52 0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確に100mL  
53 とし、標準原液とする。試料原液及び標準原液5mLずつを  
54 正確に量り、それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液  
55 (19→1000)5mL、アセトニトリル5mL及びクロロギ酸9-フル  
56 オレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→250)5mLを正  
57 確に加え、45秒間振り混ぜた後、室温で30分間静置する。  
58 次にジクロロメタン20mLを加え、60秒間振り混ぜた後、遠  
59 心分離し、その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする。これ  
60 らの液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
61 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
62 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のア  
63 レンドロン酸以外のピークの面積は、標準溶液のアレンドロ  
64 ン酸のピーク面積より大きくない。

65 試験条件

66 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：266nm)

67 カラム：内径4.1mm、長さ25cmのステンレス管に  
68 10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニ  
69 ルベンゼン共重合体を充てんする。

70 カラム温度：45°C付近の一定温度

71 移動相A：クエン酸三ナトリウム二水和物2.94g及び無  
72 水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水900mLに溶かし、  
73 リン酸を加えてpH8.0に調整した後、水を加えて  
74 1000mLとする。この液850mLに液体クロマトグラ  
75 フィー用アセトニトリル150mLを加える。

76 移動相B：クエン酸三ナトリウム二水和物2.94g及び無  
77 水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水900mLに溶かし、  
78 リン酸を加えてpH8.0に調整した後、水を加えて  
79 1000mLとする。この液300mLに液体クロマトグラ  
80 フィー用アセトニトリル700mLを加える。

81 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
82 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 15	100 → 50	0 → 50
15 ~ 25	50 → 0	50 → 100

83 流量：毎分1.8mL

84 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアレンドロン酸の  
85 保持時間の約5倍の範囲

86 システム適合性

87 システムの性能：本品15mg及び4-アミノ酪酸2mgを  
88 0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液100mLに溶かす。  
89 この液5mLに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→  
90 1000)5mL、アセトニトリル5mL及びクロロギ酸9-フル  
91 オレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→250)5mLを加え、以下試料溶液と同様に操作し  
92 た液20μLにつき、上記の条件で操作するとき、アレ  
93 レンドロン酸、4-アミノ酪酸の順に溶出し、その分離  
94 度は6以上である。

95 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、アレンドロン酸のピーク  
97 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

98 (3) 残留溶媒 別に規定する。

## 2 アレンドロン酸ナトリウム水和物

- 100 乾燥減量 (2.41) 16.1~17.1%(1g, 140°C, 3時間).
- 101 定量法 本品及びアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途本品
- 102 と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく)約10mgず
- 103 つを精密に量り, それぞれを0.1mol/Lクエン酸三ナトリウ
- 104 ム試液に溶かし, 正確に100mLとし, 試料原液及び標準原
- 105 液とする. 試料原液及び標準原液5mLずつを正確に量り,
- 106 それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→
- 107 1000)5mL及びクロロギ酸9-フルオレニルメチルのアセト
- 108 ニトリル溶液(1→2000)5mLを正確に加え, 30秒間振り混ぜ
- 109 た後, 室温で25分間静置する. 次にジクロロメタン25mLを
- 110 加え, 60秒間振り混ぜた後, 遠心分離し, その上澄液を試
- 111 料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lず
- 112 つを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー
- 113 (2.01) により試験を行い, それぞれの液のアレンドロン酸
- 114 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する.
- 115 アレンドロン酸ナトリウム( $C_4H_{12}NNaO_7P_2$ )の量(mg)
- 116  $= M_S \times A_T / A_S$
- 117  $M_S$ : 乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品
- 118 の秤取量(mg)
- 119 試験条件
- 120 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 266nm)
- 121 カラム: 内径4.1mm, 長さ25cmのステンレス管に
- 122 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニ
- 123 ルベンゼン共重合体を充てんする.
- 124 カラム温度: 35°C付近の一定温度
- 125 移動相: クエン酸三ナトリウム二水和物14.7g及び無水
- 126 リン酸水素二ナトリウム7.1gを水900mLに溶かし,
- 127 リン酸を加えてpH8.0に調整した後, 水を加えて
- 128 1000mLとする. この液700mLに液体クロマトグラ
- 129 フィー用アセトニトリル250mL及びメタノール50mL
- 130 を加える.
- 131 流量: アレンドロン酸の保持時間が約3分になるように
- 132 調整する.
- 133 システム適合性
- 134 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で
- 135 操作するとき, アレンドロン酸のピークの理論段数及
- 136 びシンメトリー係数は, それぞれ1500段以上, 1.5以
- 137 下である.
- 138 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
- 139 で試験を6回繰り返すとき, アレンドロン酸のピーク
- 140 面積の相対標準偏差は1.0%以下である.
- 141 貯法 容器 気密容器.

# 1 アレンドロン酸ナトリウム錠

## 1 アレンドロン酸ナトリウム錠

### 2 Alendronate Sodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 アレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>: 249.10)を含む。

5 製法 本品は「アレンドロン酸ナトリウム水和物」をとり、錠  
6 剤の製法により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いアレンドロン酸  
8 (C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)25mgに対応する量を取り、水25mLを加えて  
9 よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
10 別にアレンドロン酸ナトリウム水和物33mgをとり、水  
11 25mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
12 クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及  
13 び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース  
14 を用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/ピリジン  
15 /酢酸(100)/酢酸エチル混液(1:1:1)を展開溶媒とし  
16 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒド  
17 リンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧し、100°Cで10分  
18 間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得た主スポット  
19 は青紫色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

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

22 本品1個をとり、0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加  
23 えて正確に100mLとした後、錠剤が完全に崩壊するまでか  
24 き混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液V mLを正確に量り、  
25 1mL中にアレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)約25μgを含む液とな  
26 るように0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正確  
27 にV' mLとし、試料原液とする。以下定量法を準用する。

28 アレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の量(mg)

$$29 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 2 / 25 \times 0.919$$

30 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品  
31 の秤取量(mg)

32 溶性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
33 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
34 85%以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 10mL以上をとり、遠心分離する。上澄液V mLを正確に量  
37 り、表示量に従い1mL中にアレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)約  
38 6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試  
39 料原液とする。別にアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途  
40 「アレンドロン酸ナトリウム水和物」と同様の条件で乾燥減  
41 量 (2.41) を測定しておく)約29mgを精密に量り、水に溶か  
42 し、正確に250mLとする。この液3mLを正確に量り、水  
43 を加えて正確に50mLとし、標準原液とする。試料原液及び標  
44 準原液5mLずつを正確に量り、それぞれにクエン酸三ナ  
45 リウム二水和物溶液(22→125)1mL、ホウ酸6.2gを水950mL  
46 に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてpH9.0に調整した  
47 後、水を加えて1000mLとした液5mL及びクロロギ酸9-フル  
48 オレニルメチルのアセトニトリル溶液(1→2000)4mLを正  
49 確に加え、30秒間振り混ぜた後、室温で25分間静置する。  
50 次にジクロロメタン25mLを加え、45秒間振り混ぜた後、遠  
51 心分離し、その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする。以下

52 定量法を準用する。

53 アレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$54 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 108 / 5 \times 0.919$$

55 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品  
56 の秤取量(mg)

57 C: 1錠中のアレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の表示量(mg)

58 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
59 とする。アレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)約50mgに対応する量  
60 を精密に量り、0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加え  
61 て正確に1000mLとした後、30分間かき混ぜる。この液を遠  
62 心分離し、上澄液5mLを正確に量り、0.1mol/Lクエン酸三  
63 ナトリウム試液を加えて正確に10mLとし、試料原液とする。  
64 別にアレンドロン酸ナトリウム標準品(別途「アレンドロン  
65 酸ナトリウム水和物」と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測  
66 定しておく)約39mgを精密に量り、0.1mol/Lクエン酸三ナ  
67 リウム試液に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正  
68 確に量り、0.1mol/Lクエン酸三ナトリウム試液を加えて正  
69 確に50mLとし、標準原液とする。試料原液及び標準原液  
70 5mLずつを正確に量り、それぞれに四ホウ酸ナトリウム十  
71 水和物溶液(19→500)5mL及びクロロギ酸9-フルオレニル  
72 メチルのアセトニトリル溶液(1→1000)4mLを正確に加え、  
73 30秒間振り混ぜた後、室温で25分間静置する。次にジクロ  
74 ロメタン25mLを加え、45秒間振り混ぜた後、遠心分離し、  
75 その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標  
76 準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
77 ラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のアレン  
78 ドロン酸のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

79 アレンドロン酸(C<sub>4</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の量(mg)

$$80 = M_S \times A_T / A_S \times 8 / 5 \times 0.919$$

81 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品  
82 の秤取量(mg)

83 試験条件

84 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 266nm)

85 カラム: 内径4.1mm、長さ25cmのステンレス管に  
86 10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニ  
87 ルベンゼン共重合体を充てんする。

88 カラム温度: 35°C付近の一定温度

89 移動相: クエン酸三ナトリウム二水和物14.7g及び無水  
90 リン酸水素二ナトリウム7.1gを水900mLに溶かし、  
91 リン酸を加えてpH8.0に調整した後、水を加えて  
92 1000mLとする。この液750mLに液体クロマトグラ  
93 フィー用アセトニトリル200mL及びメタノール50mL  
94 を加える。

95 流量: アレンドロン酸の保持時間が約7分になるように  
96 調整する。

97 システム適合性

98 システムの性能: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
99 操作するとき、アレンドロン酸のピークの理論段数及  
100 びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、1.5以  
101 下である。

102 システムの再現性: 標準溶液50μLにつき、上記の条件

## 2 アレンドロン酸ナトリウム錠

- 103           で試験を6回繰り返すとき、アレンドロン酸のピーク  
104           面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
105 貯法 容器 密閉容器。



# 1 アレンドロン酸ナトリウム注射液

## 1 アレンドロン酸ナトリウム注射液

### 2 Alendronate Sodium Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 アレンドロン酸( $C_4H_{13}NO_7P_2$ ; 249.10)を含む。

6 製法 本品は「アレンドロン酸ナトリウム水和物」をとり、注  
7 射剤の製法により製する。

8 性状 本品は無色澄明の液である。

9 確認試験 本品を試料溶液とする。別にアレンドロン酸ナト  
10 リウム水和物33mgを水10mLに溶かし、標準溶液とする。  
11 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
12 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
13 グラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポット  
14 する。次に水/ピリジン/酢酸(100)/酢酸エチル混液(1:  
15 1:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
16 乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1 $\rightarrow$ 50)を均等  
17 に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料溶液及び標準  
18 溶液から得た主スポットは青紫色を呈し、それらの $R_f$ 値は  
19 等しい。

20 pH 別に規定する。

21 エンドトキシン(4.01) 119EU/mg未満。

22 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

23 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

24 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

25 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
26 適合する。

27 定量法 本品のアレンドロン酸( $C_4H_{13}NO_7P_2$ )約5mgに対応す  
28 る容量を正確に量り、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナト  
29 リウム二水和物溶液(1 $\rightarrow$ 500)を加え、正確に100mLとし、  
30 試料原液とする。別にアレンドロン酸ナトリウム標準品(別  
31 途「アレンドロン酸ナトリウム水和物」と同様の条件で乾燥  
32 減量(2.41)を測定しておく)約33mgを精密に量り、エチレ  
33 ンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1 $\rightarrow$ 500)  
34 に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、  
35 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1  
36  $\rightarrow$ 500)を加えて正確に50mLとし、標準原液とする。試料原  
37 液及び標準原液5mLずつを正確に量り、それぞれに四ホウ  
38 酸ナトリウム十水和物溶液(19 $\rightarrow$ 500)5mL及びクロロギ酸9  
39 ーフルオレニルメチルのアセトニトリル溶液(1 $\rightarrow$ 1000)4mL  
40 を正確に加え、30秒間振り混ぜた後、室温で25分間静置す  
41 る。次にジクロロメタン25mLを加え、45秒間振り混ぜた後、  
42 遠心分離し、その上澄液を試料溶液及び標準溶液とする。試  
43 料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液  
44 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれ  
45 の液のアレンドロン酸のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

46 アレンドロン酸( $C_4H_{13}NO_7P_2$ )の量(mg)

$$47 = M_S \times A_T / A_S \times 1/5 \times 0.919$$

48  $M_S$ : 乾燥物に換算したアレンドロン酸ナトリウム標準品  
49 の秤取量(mg)

50 試験条件

51 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 265nm)

52 カラム: 内径4.1mm、長さ25cmのステンレス管に  
53 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビ  
54 ルベンゼン共重合体を充てんする。

55 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

56 移動相: クエン酸三ナトリウム二水和物14.7g及びリン  
57 酸水素二カリウム8.7gを水900mLに溶かし、リン酸  
58 を加えてpH8.0に調整した後、水を加えて1000mLと  
59 する。この液750mLに液体クロマトグラフィー用ア  
60 セトニトリル200mL及びメタノール50mLを加える。

61 流量: アレンドロン酸の保持時間が約7分になるように  
62 調整する。

63 システム適合性

64 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、アレンドロン酸のピークの理論段数及  
66 びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、1.5以  
67 下である。

68 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、アレンドロン酸のピーク  
70 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

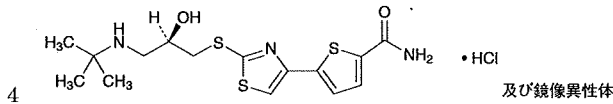
71 貯法 容器 密封容器。

1 アロチノロール塩酸塩

1 アロチノロール塩酸塩

2 Arotinolol Hydrochloride

3 塩酸アロチノロール



5  $C_{15}H_{21}N_3O_2S_3 \cdot HCl$  : 408.00

6 5-{2-[(2RS)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-

7 2-hydroxypropylsulfanyl]-1,3-thiazol-4-yl}thiophene-

8 2-carboxamide monohydrochloride

9 [68377-91-3]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、アロチノロール塩酸  
11 塩( $C_{15}H_{21}N_3O_2S_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

13 本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、メタノール又  
14 は水に溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、  
15 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品のメタノール溶液(1→125)は旋光性を示さない。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→75000)につき、紫外可視  
19 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
21 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
22 る。

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

27 (3) 本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
28 を呈する。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品0.05gをメタノール10mLに溶かし、  
34 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
35 加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、メ  
36 タノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これ  
37 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
38 を行う。試料溶液及び標準溶液40μLずつを薄層クロマトグ  
39 ラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板  
40 にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/アセトン  
41 /アンモニア水(28)混液(30 : 10 : 10 : 1)を展開溶媒として  
42 約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
43 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以  
44 外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

45 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 減圧, 105°C, 4時間)。

46 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

47 定量法 本品を乾燥し、その約1.5gを精密に量り、ジメチルス  
48 ルホキシドに溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正

49 確に量り、水100mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え、  
50 ジクロロメタン50mLずつで3回抽出する。ジクロロメタン  
51 抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗で  
52 る過する。全ジクロロメタン抽出液を合わせ、減圧で蒸発乾  
53 固する。残留物を酢酸(100)70mLに溶かし、0.05mol/L過塩  
54 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
55 を行い、補正する。

56 0.05mol/L過塩素酸1mL=20.40mg  $C_{15}H_{21}N_3O_2S_3 \cdot HCl$

57 貯法

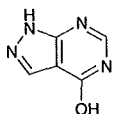
58 保存条件 遮光して保存する。

59 容器 気密容器。

1 アロプリノール

1 アロプリノール

2 Allopurinol



3

4  $C_5H_4N_4O$  : 136.11

5 1*H*-Pyrazolo[3,4-*d*]pyrimidin-4-ol

6 [315-30-0]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、アロプリノール  
8 ( $C_5H_4N_4O$ )98.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けにくく、水又は  
11 エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

12 本品はアンモニア試液に溶ける。

13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度測  
15 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
16 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
17 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

22 純度試験

23 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
24 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
25 下)。

26 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
27 製し、試験を行う(2ppm以下)。

28 (3) 類縁物質 本品50mgをアンモニア試液10mLに溶か  
29 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アンモニ  
30 ア試液を加えて正確に500mLとし、標準溶液とする。これ  
31 らの液につき、薄層クロマトグラフィ (2.03) により試験  
32 を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
33 フィー用セルロース(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板に  
34 スポットする。次にアンモニア試液飽和1-ブタノールを展  
35 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
36 に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た  
37 主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットよ  
38 り濃くない。

39 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

40 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

41 定量法 本品を乾燥し、その約0.16gを精密に量り、*N,N*-ジ  
42 メチルホルムアミド70mLを加え、加温して溶かし、冷後、  
43 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定  
44 (2.50) する(電位差滴定法)。別に*N,N*-ジメチルホルムアミ  
45 ド70mLに水12mLを加えた液につき、同様の方法で空試験  
46 を行い、補正する。

47 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
48 =13.61mg  $C_5H_4N_4O$

49 貯法 容器 気密容器。

## 1 アロプリノール錠

### 1 アロプリノール錠

#### 2 Allopurinol Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 アロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O：136.11)を含む。

5 製法 本品は「アロプリノール」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

#### 7 確認試験

8 (1) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
9 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長248～  
10 252nmに吸収の極大を示す。

11 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「アロプリノール」  
12 0.1gに対応する量を取り、ジエチルアミン溶液(1→10)5mL  
13 を加え、よく振り混ぜ、メタノール5mLを加えた後、遠心  
14 分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアロプリノール0.1g  
15 をジエチルアミン溶液(1→10)5mLに溶かし、メタノール  
16 5mLを加え、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
17 ロマトグラフィー (2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
18 標準溶液2.5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル  
19 (蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
20 2-ブタノン/アンモニア水(28)/2-メトキシエタノール混  
21 液(3：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
22 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
23 料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

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

26 本品1個をとり、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液V/  
27 10mLを加え、よく振り混ぜた後、10分間超音波処理する。  
28 冷後、1mL中にアロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)約0.5mgを含む液  
29 となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし、  
30 孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初め  
31 のろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、0.1mol/L塩  
32 酸試液を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別に  
33 定量用アロプリノールを105℃で4時間乾燥し、その約50mg  
34 を精密に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶  
35 かし、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。こ  
36 の液2mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に  
37 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
38 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行い、波長  
39 250nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

40 アロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)の量(mg)

$$41 = M_S \times A_T / A_S \times V / 100$$

42 M<sub>S</sub>：定量用アロプリノールの秤取量(mg)

43 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
44 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
45 80%以上である。

46 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
47 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
48 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
49 確に量り、表示量に従い1mL中にアロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)  
50 約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、  
51 試料溶液とする。別に定量用アロプリノールを105℃で4時

52 間乾燥し、その約11mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
53 100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確  
54 に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
55 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行い、波長  
56 250nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

57 アロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

$$58 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

59 M<sub>S</sub>：定量用アロプリノールの秤取量(mg)

60 C：1錠中のアロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)の表示量(mg)

61 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
62 とする。アロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)約0.1gに対応する量を精  
63 密に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液20mLを加え、  
64 よく振り混ぜた後、10分間超音波処理する。冷後、  
65 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし、孔径0.8μm  
66 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mL  
67 を除き、次のろ液2mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を  
68 加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別に定量用ア  
69 ロプリノールを105℃で4時間乾燥し、その約0.1gを精密に  
70 量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液20mLに溶かした後、  
71 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとする。この液  
72 2mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に  
73 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
74 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行い、波長  
75 250nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

76 アロプリノール(C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O)の量(mg) = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

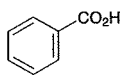
77 M<sub>S</sub>：定量用アロプリノールの秤取量(mg)

78 貯法 容器 密閉容器。

# 1 安息香酸

## 1 安息香酸

2 Benzoic Acid



3

4  $C_7H_6O_2$  : 122.12

5 Benzoic acid

6 [65-85-0]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、安息香酸  
8 ( $C_7H_6O_2$ )99.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
10 又はわずかにベンズアルデヒドようのにおいがある。

11 本品はエタノール(95)、アセトン又はジエチルエーテルに  
12 溶けやすく、熱湯にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

13 確認試験 本品1gを水酸化ナトリウム試液8mLに溶かし、水  
14 を加えて100mLとした液は安息香酸塩の定性反応(2) (1.09)  
15 を呈する。

16 融点 (2.60) 121~124°C

17 純度試験

18 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし、  
19 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
20 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL、アセ  
21 トン25mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

22 (2) 塩素化合物 本品0.5g及び炭酸カルシウム0.7gをるつ  
23 ぽにとり、少量の水を加えて混ぜた後、乾燥する。次にこれ  
24 を約600°Cで強熱した後、希硝酸20mLに溶かし、ろ過する。  
25 残留物を水15mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加え  
26 て50mLとする。この液に硝酸銀試液0.5mLを加えた液の混  
27 濁は、次の比較液より濃くない。

28 比較液：炭酸カルシウム0.7gを希硝酸20mLに溶かし、ろ  
29 過する。残留物を水15mLで洗い、ろ液及び洗液を合わ  
30 せ、0.01mol/L塩酸1.2mL及び水を加えて50mLとし、  
31 硝酸銀試液0.5mLを加える。

32 (3) 過マンガン酸カリウム還元性物質 水100mLに硫酸  
33 1.5mLを加え、煮沸しながら0.02mol/L過マンガン酸カリウ  
34 ム液を液の紅色が30秒間持続するまで滴加し、熱時この液  
35 に本品1.0gを溶かし、0.02mol/L過マンガン酸カリウム液  
36 0.50mLを加えるとき、液の紅色は15秒以内に消えない。

37 (4) フタル酸 本品0.10gに水1mL及びレゾルシノール・  
38 硫酸試液1mLを加え、120~125°Cの油浴中で加熱し、水を  
39 蒸発した後、更に90分間加熱する。冷後、水5mLを加えて  
40 溶かす。この液1mLに水酸化ナトリウム溶液(43→  
41 500)10mLを加えて振り混ぜた後、470~490nmの光を照射  
42 するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

43 比較液：フタル酸水素カリウム61mgを水に溶かし、正確  
44 に1000mLとする。この液1mLを正確に量り、レゾルシ  
45 ノール・硫酸試液1mLを加え、以下同様に操作する。

46 (5) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
47 液の色は色の比較液Qより濃くない。

48 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, シリカゲル, 3時間)。

49 強熱残分 (2.44) 0.05%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、中和エタノ  
51 ール25mL及び水25mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナ  
52 トリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：フェノールフタレイ  
53 ン試液3滴)。

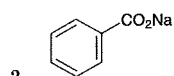
54 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=12.21mg  $C_7H_6O_2$

55 貯法 容器 密閉容器。

# 1 安息香酸ナトリウム

## 1 安息香酸ナトリウム

2 Sodium Benzoate



4  $C_7H_5NaO_2$  : 144.10

5 Monosodium benzoate

6 [532-32-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、安息香酸ナトリウム  
8 ( $C_7H_5NaO_2$ )99.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の粒、結晶又は結晶性の粉末で、においはな  
10 く、甘味及び塩味がある。

11 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくく、ジ  
12 エチルエーテルにほとんど溶けない。

13 確認試験 本品の水溶液(1→100)は安息香酸塩の定性反応  
14 (1.09)並びにナトリウム塩の定性反応(1.09)の(1)及び(2)  
15 を呈する。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
18 明である。

19 (2) 酸又はアルカリ 本品2.0gに新たに煮沸して冷却した  
20 水20mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴及  
21 び0.05mol/L硫酸0.20mLを加えるとき、液は無色である。  
22 この液に更に0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを追加す  
23 るとき、液は赤色に変わる。

24 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.40gを水40mLに溶かし、よく  
25 かき混ぜながら希塩酸3.5mLを徐々に加え、5分間放置した  
26 後、ろ過し、初めのろ液5mLを除き、次のろ液20mLをとり、  
27 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
28 較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.120%以下)。

29 (4) 重金属(1.07) 本品2.0gを水44mLに溶かし、よくか  
30 き混ぜながら希塩酸6mLを徐々に加えた後、ろ過し、初め  
31 のろ液5mLを除き、次のろ液25mLをとり、アンモニア試液  
32 で中和した後、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。こ  
33 れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢  
34 酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

35 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gを水酸化カルシウム0.40gとよ  
36 く混ぜ、強熱して得た残留物を希塩酸10mLに溶かし、これ  
37 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

38 (6) 塩素化合物 本品1.0gを水10mLに溶かし、希硫酸  
39 10mLを加えた後、ジエチルエーテル20mLずつで2回抽出し、  
40 ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテ  
41 ルを留去する。得られた残留物0.5g及び炭酸カルシウム0.7g  
42 をろつぽにとり、少量の水を加えて混ぜた後、乾燥する。次  
43 にこれを約600℃で強熱した後、希硝酸20mLに溶かし、ろ  
44 過する。残留物を水15mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、  
45 水を加えて50mLとする。この液に硝酸銀試液0.5mLを加え  
46 た液の混濁は、次の比較液より濃くない。

47 比較液：炭酸カルシウム0.7gを希硝酸20mLに溶かし、ろ  
48 過する。残留物を水15mLで洗い、ろ液及び洗液を合わ  
49 せ、0.01mol/L塩酸1.2mL及び水を加えて50mLとし、

50 硝酸銀試液0.5mLを加える。

51 (7) フタル酸 本品0.10gに水1mL及びレゾルシノール・  
52 硫酸試液1mLを加え、120~125℃の油浴中で加熱し、水を  
53 蒸発した後、更に90分間加熱する。冷後、水5mLを加えて  
54 溶かす。この液1mLに水酸化ナトリウム溶液(43→  
55 500)10mLを加えて振り混ぜた後、470~490nmの光を照射  
56 するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

57 比較液：フタル酸水素カリウム61mgを水に溶かし、正確  
58 に1000mLとする。この液1mLを正確に量り、レゾルシ  
59 ノール・硫酸試液1mLを加え、以下同様に操作する。

60 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(2g, 110℃, 4時間)。

61 定量法 本品を乾燥し、その約1.5gを精密に量り、300mLの  
62 共栓フラスコに入れ、水25mLに溶かし、ジエチルエーテル  
63 75mL及びブロモフェノールブルー試液10滴を加え、  
64 0.5mol/L塩酸で滴定(2.50)する。滴定は水層とエーテル層  
65 とをよく振り混ぜながら行い、終点は水層が持続する淡緑色  
66 を呈するときとする。

67 0.5mol/L塩酸1mL=72.05mg  $C_7H_5NaO_2$

68 貯法 容器 密閉容器。

1 安息香酸ナトリウムカフェイン

2 Caffeine and Sodium Benzoate

3 アンナカ

4 本品を乾燥したものは定量するとき、カフェイン  
5 ( $C_8H_{10}N_4O_2$ : 194.19)48.0~50.0%及び安息香酸ナトリウム  
6 ( $C_7H_5NaO_2$ : 144.10)50.0~52.0%を含む。

7 性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。  
8 本品は水に溶けやすく、酢酸(100)又は無水酢酸にやや溶  
9 けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、ジエチルエー  
10 テルにほとんど溶けない。

11 確認試験

12 (1) 本品1gを分液漏斗に入れ、水10mLに溶かし、フェノ  
13 ールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに赤色を呈する  
14 まで、0.01mol/L水酸化ナトリウム液を注意しながら滴加し、  
15 クロロホルム20mLずつで3回よく振り混ぜて抽出し、水層  
16 と分離する[水層は(2)に用いる]。クロロホルム抽出液を合  
17 せてろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。この残留物につ  
18 き、次の試験を行う。

19 (i) 残留物の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液を滴加  
20 するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試  
21 液を滴加するとき溶ける。

22 (ii) 残留物0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加  
23 えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。ま  
24 た、これをアンモニア試液2~3滴を入れた容器の上にかざ  
25 すとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液2  
26 ~3滴を加えるとき、消える。

27 (iii) 残留物0.01gを水に溶かし50mLとする。この液5mLに  
28 薄めた酢酸(31)(3→100)3mL及び薄めたピリジン(1→  
29 10)5mLを加えて混和した後、薄めた次亜塩素酸ナトリウム  
30 試液(1→5)2mLを加え、1分間放置する。これにチオ硫酸ナ  
31 トリウム試液2mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加える  
32 とき、黄色を呈する。

33 (2) (1)の水層5mLに水5mLを加えた液は安息香酸塩の定  
34 性反応(2) (1.09)を呈する。

35 (3) 本品を加熱するとき、白煙を発する。更に強熱し、こ  
36 の残留物に塩酸を加えるとき、泡立つ。また、この液はナト  
37 リウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
40 明である。

41 (2) アルカリ 本品1.0gを水20mLに溶かした液にフェノ  
42 ールフタレイン試液1~2滴を加えるとき、赤色を呈しない。

43 (3) 塩化物 (1.03) 本品0.5gを水10mLに溶かし、エタノ  
44 ール(95)30mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。  
45 これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
46 0.70mLにエタノール(95)30mL及び水を加えて50mLとする  
47 (0.050%以下)。

48 (4) 塩素化合物 本品1.0gを水40mLに溶かし、希硫酸  
49 10mLを加えた後、ジエチルエーテル20mLずつで2回抽出し、  
50 ジエチルエーテル抽出液を合わせ、室温で蒸発乾固する。残  
51 留物及び炭酸カルシウム0.7gをろつばにとり、少量の水を加  
52 えて混ぜた後、乾燥する。次に約600℃に強熱した後、希硝

53 酸20mLを加えて溶かし、ろ過する。残留物を水15mLで洗  
54 い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて50mLとする。この  
55 液に硝酸銀試液0.5mLを加えた液の混濁は、次の比較液に硝  
56 酸銀試液0.5mLを加えた液の混濁より濃くない。

57 比較液：炭酸カルシウム0.7gを希硝酸20mLに溶かし、ろ  
58 過する。残留物を水15mLで洗い、ろ液及び洗液を合  
59 せ、0.01mol/L塩酸1.2mL及び水を加えて50mLとする。

60 (5) 重金属 (1.07) 本品2.0gを水47mLに溶かし、よくか  
61 き混ぜながら希塩酸3mLを徐々に加えた後、ろ過し、初め  
62 のろ液5mLを除き、次のろ液25mLをとり、アンモニア試液  
63 で中和した後、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。こ  
64 れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢  
65 酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

66 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
67 製し、試験を行う(2ppm以下)。

68 (7) フタル酸 本品0.10gに水1mL及びレソルシノール・  
69 硫酸試液1mLを加え、120~125℃の油浴中で加熱し、水を  
70 蒸発した後、更に90分間加熱する。冷後、水5mLを加えて  
71 溶かす。この液1mLに水酸化ナトリウム溶液(43→  
72 500)10mLを加えて振り混ぜた後、470~490nmの光を照射  
73 するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

74 比較液：フタル酸水素カリウム61mgを水に溶かし、正確  
75 に1000mLとする。この液1mLを正確に量り、レソルシ  
76 ノール・硫酸試液1mLを加え、以下同様に操作する。

77 (8) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
78 液の色は色の比較液Aより濃くない。

79 乾燥減量 (2.41) 3.0%以下(2g, 80℃, 4時間)。

80 定量法

81 (1) 安息香酸ナトリウム 本品を乾燥し、その約0.2gを精  
82 密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(6:1)50mLを加え、加  
83 温して溶かす。冷後、0.1mol/L過塩素酸・1,4-ジオキサン  
84 液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は  
85 第一当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

86 0.1mol/L過塩素酸・1,4-ジオキサン液1mL  
87 =14.41mg  $C_7H_5NaO_2$

88 (2) カフェイン (1)の操作にひき続き、第一当量点から  
89 第二当量点まで0.1mol/L過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴  
90 定(2.50)する(電位差滴定法)。

91 0.1mol/L過塩素酸・1,4-ジオキサン液1mL  
92 =19.42mg  $C_8H_{10}N_4O_2$

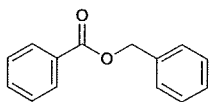
93 貯法 容器 密閉容器。

1 安息香酸ベンジル

1 安息香酸ベンジル

2 Benzyl Benzoate

3



4  $C_{14}H_{12}O_2$  : 212.24

5 Benzyl benzoate

6 [I20-51-4]

7 本品は定量するとき、安息香酸ベンジル( $C_{14}H_{12}O_2$ )99.0%

8 以上を含む。

9 性状 本品は無色透明の粘稠性のある液で、わずかに芳香があ  
10 り、刺激性でやくような味がある。

11 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する。

12 本品は水にほとんど溶けない。

13 凝固点：約17°C

14 比重  $d_{20}^{20}$ ：約1.123

15 沸点：約323°C

16 確認試験

17 (1) 本品1mLに炭酸ナトリウム試液5mL及び過マンガン  
18 酸カリウム試液2mLを加え、穏やかに加熱するとき、ベン  
19 ズアルデヒドのにおいを発する。

20 (2) 定量法で滴定の終わった液を水浴上で加温してエタノ  
21 ールを蒸発し、塩化鉄(III)試液0.5mLを加えるとき、淡黄赤  
22 色の沈殿を生じ、この沈殿は希塩酸を加えるとき、白色に変  
23 わる。

24 屈折率 (2.45)  $n_D^{20}$  : 1.568~1.570

25 純度試験 酸 本品5.0mLを中和エタノール25mLに溶かし、  
26 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき、液は赤  
27 色を呈する。

28 強熱残分 (2.44) 0.05%以下(2g)。

29 定量法 本品約2gを精密に量り、正確に0.5mol/L水酸化カリ  
30 ウム・エタノール液50mLを加え、二酸化炭素吸収管(ソー  
31 ダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて1時間穏やかに煮沸し、  
32 冷後、過量の水酸化カリウムを0.5mol/L塩酸で滴定 (2.50)  
33 する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)。同様の方法  
34 で空試験を行う。

35 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

36 =106.1mg  $C_{14}H_{12}O_2$

37 貯法

38 保存条件 遮光して保存する。

39 容器 気密容器。

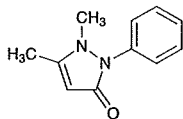


1 アンチピリン

1 アンチピリン

2 Antipyrine

3 フェナゾン



4

5  $C_{11}H_{12}N_2O$  : 188.23

6 1,5-Dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one

7 [60-80-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アンチピリン

9 ( $C_{11}H_{12}N_2O$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で、に

11 おいはなく、味はわずかに苦い。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす

13 く、ジエチルエーテルにやや溶けにくい。

14 本品の水溶液(1→10)は中性である。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLに亜硝酸ナトリウム試液2

17 滴及び希硫酸1mLを加えるとき、液は濃緑色を呈する。

18 (2) 本品の水溶液(1→100)2mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液4滴を

19 加えるとき、液は黄赤色を呈し、次に希硫酸10滴を加える

20 とき、淡黄色に変わる。

21 (3) 本品の水溶液(1→100)5mLにタンニン酸試液2～3滴

22 を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

23 (4) 本品0.1gにバニリン0.1g、水5mL及び硫酸2mLを加

24 えて煮沸し、冷却するとき、黄赤色の沈殿を生じる。

25 融点 (2.60) 111～113°C

26 純度試験

27 (1) 塩化物 (1.03) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較

28 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下)。

29 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、

30 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

31 下)。

32 (3) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。

33 液の色は無色である。

34 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, シリカゲル, 4時間)。

35 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

36 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸ナトリ

37 ウム試液20mLに溶かし、0.05mol/Lヨウ素液30mLを正確に

38 加え、時々振り混ぜ、20分間放置した後、クロロホルム

39 10mLを加えて沈殿を溶かし、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ

40 硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬: デンプン試液

41 3mL)。同様の方法で空試験を行う。

42 0.05mol/Lヨウ素液1mL=9.412mg  $C_{11}H_{12}N_2O$

43 貯法 容器 密閉容器。

## 1 歯科用アンチホルミン

### 1 歯科用アンチホルミン

2 Dental Antiformin

3 歯科用次亜塩素酸ナトリウム液

4 本品は定量するとき、次亜塩素酸ナトリウム(NaClO :

5 74.44)3.0~6.0w/v%を含む。

6 性状 本品は微淡黄緑色澄明の液で、わずかに塩素のにおいが

7 ある。

8 本品は光によって徐々に変化する。

9 確認試験

10 (1) 本品は赤色リトマス紙を青変した後、これを脱色する。

11 (2) 本品に希塩酸を加えるとき、塩素のにおいを発し、こ

12 のガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する。

13 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

14 定量法 本品3mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水50mL、

15 ヨウ化カリウム2g及び酢酸(31)10mLを加え、遊離したヨウ

16 素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示

17 薬 : デンプン試液3mL)。

18 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=3.722mg NaClO

19 貯法

20 保存条件 遮光して、10℃以下で保存する。

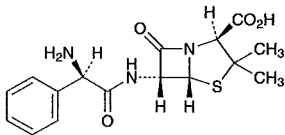
21 容器 気密容器。

# 1 無水アンピシリン

## 1 無水アンピシリン

2 Anhydrous Ampicillin

3 無水アミノベンジルペニシリン



5  $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  : 349.40

6 (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetyl-amino]-

7 3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-

8 carboxylic acid

9 [69-53-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり960~  
11 1005 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アンピシリン  
12 ( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ )としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
14 本品は水にやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、エ  
15 タノール(95)に極めて溶けにくく、アセトニトリルにほとん  
16 ど溶けない。

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

21 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : +280~+305°(脱水物に換算したも  
22 の0.5g, 水, 100mL, 100mm)。

23 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0~  
24 5.5である。

25 純度試験

26 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
27 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
28 下)。

29 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
30 製し、試験を行う(2ppm以下)。

31 (3) 類縁物質 本品0.05gを移動相に溶かして50mLとし、  
32 試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
33 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
34 準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
35 ラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々の  
36 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のア  
37 ンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリン  
38 のピーク面積より大きくない。

39 試験条件

40 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
41 の試験条件を準用する。

42 面積測定範囲: アンピシリンの保持時間の約10倍の範  
43 囲

44 システム適合性

45 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ  
46 ム適合性を準用する。

47 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加

48 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアン  
49 ピシリンのピーク面積が、標準溶液のアンピシリンの  
50 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

51 水分(2.48) 2.0%以下(2.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

52 定量法 本品及びアンピシリン標準品約50mg(力価)に対応す  
53 る量を精密に量り、それぞれに内標準溶液5mLずつを正確  
54 に加えて溶かした後、それぞれに移動相を加えて50mLとし、  
55 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ L  
56 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
57 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアンピシリン  
58 のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

59 アンピシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$60 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

61  $M_S$ : アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

62 内標準溶液 グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)

63 試験条件

64 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 230nm)

65 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
66 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
67 リカゲルを充てんする。

68 カラム温度: 25°C付近の一定温度

69 移動相: リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに  
70 溶かし、アセトニトリル100mLを加え、リン酸を加  
71 えてpH5.0に調整した後、水を加えて正確に1000mL  
72 とする。

73 流量: アンピシリンの保持時間が約6分になるように調  
74 整する。

75 システム適合性

76 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
77 操作するとき、アンピシリン、内標準物質の順に溶出  
78 し、その分離度は40以上である。

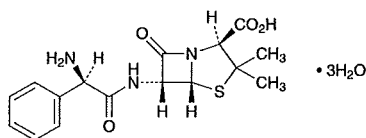
79 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
80 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
81 に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏  
82 差は1.0%以下である。

83 貯法 容器 気密容器。

1 アンピシリン水和物

1 アンピシリン水和物

- 2 Ampicillin Hydrate
- 3 アミノベンジルペニシリン
- 4 アンピシリン



- 6  $C_{16}H_{19}N_3O_4S \cdot 3H_2O$  : 403.45
- 7 (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetyl-amino]-
- 8 3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-
- 9 carboxylic acid trihydrate
- 10 [7177-48-2]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり960～  
12 1005 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アンピシリン  
13 ( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  : 349.40)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
15 本品は水にやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、エ  
16 タノール(95)に極めて溶けにくく、アセトニトリルにほとん  
17 ど溶けない。

18 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
19 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
20 本品の参照スペクトル又はアンピシリン標準品のスペクトル  
21 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同  
22 様の強度の吸収を認める。

23 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +280～+305°(脱水物に換算したも  
24 の0.5g, 水, 100mL, 100mm)。

25 pH (2.54) 本品1.0gを水400mLに溶かした液のpHは3.5～  
26 5.5である。

27 純度試験

28 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
29 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
30 下)。

31 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
32 製し、試験を行う(2ppm以下)。

33 (3) 類縁物質 本品50mgを移動相に溶かして50mLとし、  
34 試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
35 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
36 準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
37 ラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々の  
38 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアン  
39 ピシリン以外の各々のピークの面積は標準溶液のアンピシ  
40 リンのピーク面積より大きくない。

41 試験条件

42 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
43 の試験条件を準用する。

44 面積測定範囲 : アンピシリンの保持時間の約10倍の範  
45 囲

46 システム適合性

47 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ

48 ム適合性を準用する。

49 検出の確認 : 標準溶液1mLを正確に量り, 移動相を加  
50 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアン  
51 ピシリンのピーク面積が, 標準溶液のアンピシリンの  
52 ピーク面積の7～13%になることを確認する。

53 (4) *N,N*-ジメチルアニリン 本品約1gを精密に量り,  
54 水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし, 内標準溶液1mLを正  
55 確に加え, 1分間激しく振り混ぜた後, 静置し, 上層の液を  
56 試料溶液とする。別に*N,N*-ジメチルアニリン約50mgを精  
57 密に量り, 塩酸2mL及び水20mLに溶かし, 更に水を加えて  
58 正確に50mLとし, 標準原液とする。標準原液5mLを正確に  
59 量り, 水を加えて正確に250mLとする。この液1mLを正確  
60 に量り, 水酸化ナトリウム試液5mL及び内標準溶液1mLを  
61 正確に加え, 1分間激しく振り混ぜた後, 静置し, 上層の液  
62 を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ Lにつき, 次の  
63 条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い,  
64 内標準物質のピーク面積に対する*N,N*-ジメチルアニリンの  
65 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を測定し, 次式により*N,N*-ジメ  
66 チルアニリンの量を求めるとき, 20ppm以下である。

67 *N,N*-ジメチルアニリンの量(ppm)

$$68 = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 400$$

69  $M_S$  : *N,N*-ジメチルアニリンの秤取量(g)

70  $M_T$  : 本品の秤取量(g)

71 内標準溶液 ナフタレンのシクロヘキサン溶液(1→  
72 20000)

73 試験条件

74 検出器 : 水素炎イオン化検出器

75 カラム : 内径2.6mm, 長さ2mのガラス管にガスクロマ  
76 トグラフィー用50%フェニルー50%メチルポリシロ  
77 キサンを180～250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケ  
78 イソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする。

79 カラム温度 : 120°C付近の一定温度

80 キャリヤーガス : ヘリウム

81 流量 : *N,N*-ジメチルアニリンの保持時間が約5分にな  
82 るように調整する。

83 システム適合性

84 検出の確認 : 標準原液1mLを正確に量り, 水を加えて  
85 正確に250mLとする。この液1mLを正確に量り, 水  
86 酸化ナトリウム試液5mL及び内標準溶液1mLを正確  
87 に加え, 1分間激しく振り混ぜた後, 静置し, 上層の  
88 液1 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物  
89 質のピーク面積に対する*N,N*-ジメチルアニリンのピー  
90 ク面積の比は, 標準溶液の内標準物質のピーク面積  
91 に対する*N,N*-ジメチルアニリンのピーク面積の比の  
92 15～25%である。

93 システムの性能 : *N,N*-ジメチルアニリン50mgをとり,  
94 シクロヘキサンに溶かして50mLとする。この液1mL  
95 に内標準溶液を加えて50mLとし, システム適合性試  
96 験用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 $\mu$ Lにつ  
97 き, 上記の条件で操作するとき, *N,N*-ジメチルアニ  
98 リン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は3以上  
99 である。

## 2 アンピシリン水和物

100 システムの再現性：システム適合性試験用溶液1 $\mu$ Lにつ  
101 き、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物  
102 質のピーク面積に対する*N,N*-ジメチルアニリンのピ  
103 ーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である。

104 水分 (2.48) 12.0~15.0%(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

105 定量法 本品及びアンピシリン標準品約50mg(力価)に対応す  
106 る量を精密に量り、それぞれを適量の移動相に溶かし、内標  
107 準溶液5mLずつを正確に加えた後、それぞれに移動相を加  
108 えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
109 び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフイ  
110 ー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
111 するアンピシリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

112 アンピシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$113 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

114  $M_S$ : アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

115 内標準溶液 グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)

116 試験条件

117 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

118 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
119 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
120 リカゲルを充てんする。

121 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

122 移動相：リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに  
123 溶かし、アセトニトリル100mLを加え、リン酸を加  
124 えてpH5.0に調整した後、水を加えて正確に1000mL  
125 とする。

126 流量：アンピシリンの保持時間が約6分になるように調  
127 整する。

128 システム適合性

129 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
130 操作するとき、アンピシリン、内標準物質の順に溶出  
131 し、その分離度は40以上である。

132 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
133 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
134 に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏  
135 差は1.0%以下である。

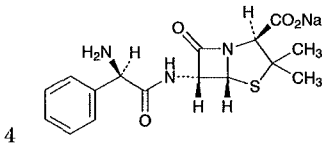
136 貯法 容器 気密容器。

# 1 アンピシリンナトリウム

## 1 アンピシリンナトリウム

2 Ampicillin Sodium

3 アミノペンジルペニシリンナトリウム



5  $C_{16}H_{18}N_3NaO_4S$  : 371.39

6 Monosodium(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-

7 phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-

8 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

9 [69-52-3]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり850～  
11 950 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、アンピシリン  
12 ( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  : 349.40)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
14 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶  
15 けにくい。

### 16 確認試験

17 (1) 本品をデシケーター(減圧・0.67kPa以下、60℃)で3  
18 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリ  
19 ウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参  
20 照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
21 のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

23 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +246～+272°(脱水物に換算したも  
24 の1g、水、100mL、100mm)。

25 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは8.0～  
26 10.0である。

### 27 純度試験

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

30 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
32 下)。

33 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (4) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
36 溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加えて  
37 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
38 液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
39 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピー  
40 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアンピ  
41 シリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンの  
42 ピーク面積より大きくない。

### 43 試験条件

44 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

45 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
46 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
47 リカゲルを充てんする。

48 カラム温度：25℃付近の一定温度

49 移動相：リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに  
50 溶かし、アセトニトリル100mLを加え、リン酸を加  
51 えてpH5.0に調整した後、水を加えて正確に1000mL  
52 とする。

53 流量：アンピシリンの保持時間が約6分になるように調  
54 整する。

55 面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約10倍の範  
56 囲

### 57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
59 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアン  
60 ピシリンのピーク面積が、標準溶液のアンピシリンの  
61 ピーク面積の7～13%になることを確認する。

62 システムの性能：アンピシリン標準品50mgを量り、適  
63 量の移動相に溶かし、グアイフェネシンの移動相溶液  
64 (1→200)5mLを加え、更に移動相を加えて50mLとし、  
65 システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試  
66 験用溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、  
67 アンピシリン、グアイフェネシンの順に溶出し、その  
68 分離度は35以上である。

69 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 $\mu$ Lに  
70 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グアイ  
71 フェネシンのピーク面積に対するアンピシリンのピー  
72 ク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

73 水分(2.48) 2.0%以下(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

74 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
75 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

76 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

77 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。ただし、滅菌後の  
78 pHは6.5～6.6とする。

79 (iii) 標準溶液 アンピシリン標準品約25mg(力価)に対応す  
80 る量を精密に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確  
81 に50mLとする。この液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸  
82 塩緩衝液を加えて1mL中に5 $\mu$ g(力価)及び1.25 $\mu$ g(力価)を含  
83 む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

84 (iv) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量  
85 り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする。  
86 この液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて  
87 1mL中に5 $\mu$ g(力価)及び1.25 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高  
88 濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

89 貯法 容器 気密容器。

# 1 注射用アンピシリンナトリウム

## 1 注射用アンピシリンナトリウム

### 2 Ampicillin Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。  
4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0~110.0%に  
5 対応するアンピシリン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S : 349.40)を含む。  
6 製法 本品は「アンピシリンナトリウム」をとり、注射剤の製  
7 法により製する。  
8 性状 本品は白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
9 確認試験 「アンピシリンナトリウム」の確認試験(1)を準用  
10 する。  
11 浸透圧比 別に規定する。  
12 pH (2.54) 本品の表示量に従い「アンピシリンナトリウ  
13 ム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは  
14 8.0~10.0である。  
15 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「アンピシリンナトリウ  
16 ム」0.25g(力価)に対応する量を水0.75mLに溶かすとき、液  
17 は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法  
18 (2.24)により試験を行うとき、波長400nmにおける吸光度  
19 は0.40以下である。  
20 水分 (2.48) 3.0%以下(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。  
21 エンドトキシン (4.01) 0.075EU/mg(力価)未満。  
22 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。  
23 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。  
24 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。  
25 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
26 適合する。  
27 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
28 「アンピシリンナトリウム」約50mg(力価)に対応する量を  
29 精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし、移動  
30 相を加えて50mLとし、試料溶液とする。別にアンピシリン  
31 標準品の約50mg(力価)に対応する量を精密に量り、内標準  
32 溶液5mLを正確に加えて溶かし、移動相を加えて50mLとし、  
33 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の  
34 条件で液体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、  
35 内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積  
36 の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。  
37 アンピシリン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の量[mg(力価)]= $M_S \times Q_T / Q_S$   
38  $M_S$  : アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]  
39 内標準溶液 グアイフェネシンの移動相溶液(1→200)  
40 試験条件  
41 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 230nm)  
42 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
43 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
44 リカゲルを充てんする。  
45 カラム温度 : 25℃付近の一定温度  
46 移動相 : リン酸水素二アンモニウム5.94gを水850mLに  
47 溶かし、アセトニトリル100mLを加え、リン酸を加  
48 えてpH5.0に調整した後、水を加えて正確に1000mL  
49 とする。  
50 流量 : アンピシリンの保持時間が約6分になるように調  
51 整する。

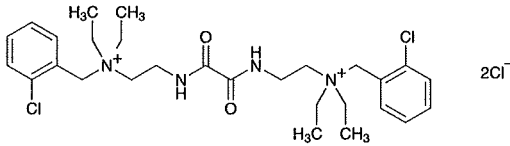
52 システム適合性  
53 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
54 操作するとき、アンピシリン、内標準物質の順に溶出  
55 し、その分離度は26以上である。  
56 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
57 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
58 に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏  
59 差は1.0%以下である。  
60 貯法 容器 密封容器。

1 アンベノニウム塩化物

1 アンベノニウム塩化物

2 Ambenonium Chloride

3 塩化アンベノニウム



5  $C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$  : 608.47

6 2,2'-[(1,2-Dioxoethane-1,2-diyl)diimino]bis[N-

7 (2-chlorobenzyl)-N,N-diethylethylaminium]dichloride

8 [115-79-7]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アンベノニ  
10 ウム塩化物( $C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の粉末である。

12 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタ  
13 ノール(95)にやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくい。

14 本品は吸湿性である。

15 融点：約205°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→5000)につき、紫外可視吸  
18 光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品の  
19 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
20 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応 (1.09) を  
26 呈する。

27 純度試験

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

30 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノー  
32 ル(95)溶液(1→5)を用いる。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
33 える(20ppm以下)。

34 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
35 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
36 加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、メタ  
37 ノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これら  
38 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を  
39 行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフ  
40 ィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。  
41 次に1-ブタノール/ギ酸/水混液(12 : 6 : 5)を展開溶媒と  
42 して約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素  
43 蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外の  
44 スポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

45 乾燥減量 (2.41) 11.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

46 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

47 定量法 本品約0.3gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液

48 (7 : 3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する

49 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

50 0.1mol/L過塩素酸1mL=30.42mg  $C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$

51 貯法 容器 気密容器。



## 1 アンモニア水

### 1 アンモニア水

#### 2 Ammonia Water

3 本品は定量するとき、アンモニア(NH<sub>3</sub>: 17.03)9.5～  
4 10.5w/v%を含む。

5 性状 本品は無色澄明の液で、特異な強い刺激性のにおいがあ  
6 る。

7 本品はアルカリ性である。

8 比重  $d_{20}^{20}$ : 0.95～0.96

#### 9 確認試験

10 (1) 本品の液面に、塩酸で潤したガラス棒を近づけるととき、  
11 濃い白煙を生じる。

12 (2) 本品の液面に、潤した赤色リトマス紙を近づけるととき、  
13 青変する。

#### 14 純度試験

15 (1) 蒸発残留物 本品10.0mLを蒸発乾固し、残留物を  
16 105℃で1時間乾燥するとき、その量は2.0mg以下である。

17 (2) 重金属 (1.07) 本品5.0mLを水浴上で蒸発乾固し、  
18 希塩酸1mLを加え、更に蒸発乾固し、希酢酸2mLを加えて  
19 溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
20 行う。比較液は鉛標準液2.5mLに希酢酸2mL及び水を加え  
21 て50mLとする(5ppm以下)。

22 (3) 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品10.0mLに冷  
23 却しながら希硫酸40mLを加え、更に0.02mol/L過マンガン  
24 酸カリウム液0.10mLを加えるとき、液の赤色は10分以内に  
25 消えない。

26 定量法 本品5mLを正確に量り、水25mLに加え、0.5mol/L硫  
27 酸で滴定 (2.50) する(指示薬:メチルレッド試液2滴)。

28 0.5mol/L硫酸1mL=17.03mg NH<sub>3</sub>

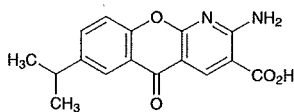
#### 29 貯法

30 保存条件 30℃以下で保存する。

31 容器 気密容器。

## 1 アンレキサノクス

2 Amlexanox



3

4  $C_{16}H_{14}N_2O_4$  : 298.29

5 2-Amino-7-(1-methylethyl)-5-oxo-

6 5H-[1]benzopyrano[2,3-b]pyridine-3-carboxylic acid

7 [68302-57-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、アンレキサノクス  
9 ( $C_{16}H_{14}N_2O_4$ )98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
11 本品はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほとん  
12 ど溶けない。

13 本品は薄めた水酸化ナトリウム試液(1→3)に溶ける。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→250000)につき、紫  
16 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアンレキサノ  
18 クス標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比  
19 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の  
20 強度の吸収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
22 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
23 品の参照スペクトル又はアンレキサノクス標準品のスペクト  
24 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
25 同様の強度の吸収を認める。

## 26 純度試験

27 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gを水20mL及び水酸化ナトリ  
28 ウム試液10mLに溶かし、希硝酸15mL及び水を加えて  
29 50mLとし、遠心分離後、上澄液をろ過する。ろ液25mLに  
30 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
31 較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに水酸化ナトリウム試液5mL、  
32 希硝酸7.5mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)。

33 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
35 下)。

## 36 (3) 類縁物質

37 (i) 本品約30mgを移動相50mLに溶かし、試料溶液とする。  
38 この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとす  
39 る。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mL  
40 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを  
41 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
42 より試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積  
43 分法により測定するとき、試料溶液のアンレキサノクス以外  
44 のピークの面積は、標準溶液のアンレキサノクスのピーク面  
45 積の2倍より大きくない。

## 46 試験条件

47 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量  
48 法の試験条件を準用する。

49 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアンレキサノクス  
50 の溶出終了までの範囲

## 51 システム適合性

52 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。  
53 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
54 えて正確に100mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアン  
55 レキサノクスのピーク面積が、標準溶液のアンレキサ  
56 ノクスのピーク面積の7~13%になることを確認する。  
57 システム再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
58 試験を6回繰り返すとき、アンレキサノクスのピーク  
59 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

60 (ii) 本品約30mgを移動相50mLに溶かし、試料溶液とする。  
61 この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとす  
62 る。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20  
63 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつ  
64 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
65 により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動  
66 積分法により測定するとき、試料溶液のアンレキサノクス以  
67 外のピークの面積は、標準溶液のアンレキサノクスのピーク  
68 面積の2倍より大きくない。

## 69 試験条件

70 検出器、カラム及びカラム温度は、定量法の試験条件を  
71 準用する。

72 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水合物7.2gを水に  
73 溶かして1000mLとした液にリン酸二水素ナトリウム  
74 二水合物3.1gを水に溶かし、1000mLとした液を加えて  
75 pH8.0に調整する。この液400mLにアセトニトリ  
76 ル600mLを加える。

77 流量：ベンゾフェノンの移動相溶液(3→1000000)15mL  
78 をとり、移動相を加えて20mLとした液10 $\mu$ Lにつき、  
79 上記の条件で試験を行うとき、ベンゾフェノンの保持  
80 時間が約6.5分になるように調整する。

81 面積測定範囲：アンレキサノクスのピークからベンゾフ  
82 エノンの保持時間の約3倍の範囲

## 83 システム適合性

84 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
85 えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たアン  
86 レキサノクスのピーク面積が、標準溶液のアンレキサ  
87 ノクスのピーク面積の7~13%になることを確認する。  
88 システムの性能：試料溶液1mLをとり、移動相を加  
89 えて100mLとする。この液5mLをとり、ベンゾフェノ  
90 ンの移動相溶液(3→1000000)15mLを加える。この液  
91 10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アンレキ  
92 サノクス、ベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度  
93 は10以上である。

94 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
95 で試験を6回繰り返すとき、アンレキサノクスのピー  
96 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

97 (iii) 次式により、類縁物質の合計量を求めるとき、0.5%  
98 以下である。

$$99 \text{類縁物質の合計量}(\%) = \{(A_{T1}/A_{S1}) + (A_{T2}/A_{S2})\} \times 1/10$$

100  $A_{T1}$  : (i)で得た試料溶液のアンレキサノクス以外のピー  
101 クの合計面積

## 2 アンレキサノクス

102  $A_{r2}$  : (ii)で得た試料溶液のアンレキサノクス以外のピーク  
103 の合計面積

104  $A_{s1}$  : (i)で得た標準溶液のアンレキサノクスのピーク面  
105 積

106  $A_{s2}$  : (ii)で得た標準溶液のアンレキサノクスのピーク面  
107 積

108 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105°C, 2時間).

109 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g).

110 定量法 本品及びアンレキサノクス標準品を乾燥し, その約  
111 30mgずつを精密に量り, それぞれを移動相に溶かし, 正確  
112 に50mLとする. この液5mLずつを正確に量り, それぞれに  
113 内標準溶液15mLを正確に加え, 試料溶液及び標準溶液とす  
114 る. 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 次の条件で液体ク  
115 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 内標準物質の  
116 ピーク面積に対するアンレキサノクスのピーク面積の比 $Q_T$   
117 及び $Q_S$ を求める.

118 アンレキサノクス( $C_{16}H_{14}N_2O_4$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

119  $M_S$  : アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

120 内標準溶液 3-ニトロアニリンの移動相溶液(1 $\rightarrow$ 4000)

121 試験条件

122 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254nm)

123 カラム : 内径4.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
124 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
125 リカゲルを充てんする.

126 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

127 移動相 : リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.9gを水  
128 に溶かして1000mLとした液に, リン酸二水素ナトリ  
129 ウム二水和物7.8gを水に溶かして1000mLとした液を  
130 加えてpH8.0に調整する. この液760mLにアセトニ  
131 トリル240mLを加える.

132 流量 : アンレキサノクスの保持時間が約10分になるよ  
133 うに調整する.

134 システム適合性

135 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で  
136 操作するとき, アンレキサノクス, 内標準物質の順に  
137 溶出し, その分離度は2.0以上である.

138 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件  
139 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積  
140 に対するアンレキサノクスのピーク面積の比の相対標  
141 準偏差は1.0%以下である.

142 貯法 容器 密閉容器.

# 1 アンレキサノクス錠

## 1 アンレキサノクス錠

### 2 Amlexanox Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 アンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 298.29)を含む。

5 製法 本品は「アンレキサノクス」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

### 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アンレキサノクス」  
9 10mgに対応する量を取り、エタノール(99.5)100mLを加え  
10 て激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液1mLをとり、エタ  
11 ノール(99.5)を加えて25mLとし、試料溶液とする。この液  
12 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト  
13 ルを測定するとき、波長240～244nm, 285～289nm及び  
14 341～352nmに吸収の極大を示す。

15 (2) (1)の試料溶液に紫外線(主波長365nm)を照射すると  
16 き、液は青白色の蛍光を発する。

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

19 本品1個をとり、アンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)1mg当た  
20 り内標準溶液0.6mLを正確に加え、更に1mL中にアンレキ  
21 サノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約167μgを含む液となるように移動相  
22 を加えて正確にV mLとし、崩壊させた後5分間激しく振り  
23 混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別  
24 にアンレキサノクス標準品を105℃で2時間乾燥し、その約  
25 30mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとする。  
26 この液25mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、  
27 更に移動相を加えて100mLとし、標準溶液とする。以下  
28 「アンレキサノクス」の定量法を準用する。

29 アンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$30 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$$

31 M<sub>S</sub>: アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

32 内標準溶液 3-ニトロアニリンの移動相溶液(1→500)

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

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中にアンレキサノクス  
40 (C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて  
41 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にアンレキサノク  
42 ス標準品を105℃で2時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
43 希水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし、試験液を加えて正  
44 確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、試験液を加え  
45 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
46 溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
47 い、波長350nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

48 アンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$49 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

50 M<sub>S</sub>: アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

51 C: 錠中のアンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

52 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
53 とする。アンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約15mgに対応する  
54 量を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、移動相  
55 80mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後、100mLとする。  
56 この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアンレ  
57 キサノクス標準品を105℃で2時間乾燥し、その約30mgを精  
58 密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとする。この液  
59 25mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、移動  
60 相を加えて100mLとし、標準溶液とする。以下「アンレキ  
61 サノクス」の定量法を準用する。

62 アンレキサノクス(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$63 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 2$$

64 M<sub>S</sub>: アンレキサノクス標準品の秤取量(mg)

65 内標準溶液 3-ニトロアニリンの移動相溶液(1→500)

66 貯法 容器 気密容器。

1 イオウ

1 イオウ

2 Sulfur

3 S : 32.07

4 本品を乾燥したものは定量するとき、イオウ(S)99.5%以  
5 上を含む。

6 性状 本品は淡黄色～黄色の粉末で、におい及び味はない。

7 本品は二硫化炭素に溶けやすく、水、エタノール(95)又は  
8 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

9 確認試験

10 (1) 本品は点火するとき、青色の炎をあげ、二酸化イオウ  
11 の刺激性のにおいを発する。

12 (2) 本品5mgに水酸化ナトリウム試液5mLを加え、水浴  
13 中で加熱して溶かし、冷後、ペンタシアノニトロシル鉄(III)  
14 酸ナトリウム試液1滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

15 (3) 本品1mgにピリジン2mL及び炭酸水素ナトリウム試  
16 液0.2mLを加えて煮沸するとき、液は青色を呈する。

17 純度試験

18 (1) 溶状 本品1.0gに水酸化ナトリウム溶液(1→6)20mL  
19 及びエタノール(95)2mLの混液を加え、煮沸して溶かすとき、  
20 液は澄明である。また、本品2.0gを二硫化炭素10mLに溶か  
21 すとき、ほとんど溶け、濁ることがあってもわずかである。

22 (2) 酸又はアルカリ 本品2.0gに新たに煮沸して冷却した  
23 水50mLを加えて振り混ぜた後、フェノールフタレイン試液  
24 2滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。この液に0.1mol/L  
25 水酸化ナトリウム液1.0mLを加えるとき、液は赤色を呈する。

26 (3) ヒ素 (1.11) 本品0.20gをとり、第3法により検液を  
27 調製し、試験を行う(10ppm以下)。

28 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, シリカ  
29 ゲル, 4時間)。

30 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

31 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、水酸化カリ  
32 ウム・エタノール試液20mL及び水10mLを加え、煮沸して  
33 溶かし、冷後、水を加えて正確に100mLとする。この液  
34 25mLを正確に量り、400mLのビーカーに入れ、過酸化水素  
35 試液50mLを加え、水浴上で1時間加熱する。次に希塩酸を  
36 加えて酸性とし、水200mLを加え、沸騰するまで加熱し、  
37 熱塩化バリウム試液を滴加し、沈殿が生じなくなったとき、  
38 水浴上で1時間加熱する。沈殿をろ取し、洗液に硝酸銀試液  
39 を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い、乾燥し、恒量  
40 になるまで強熱し、質量を量り、硫酸バリウム(BaSO<sub>4</sub> :  
41 233.39)の量とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

42 イオウ(S)の量(mg)

43 =硫酸バリウム(BaSO<sub>4</sub>)の量(mg)×0.137

44 貯法 容器 密閉容器。

1 イオウ・カンフルローション

1 イオウ・カンフルローション

2 Sulfur and Camphor Lotion

3 製法

イオウ	60g
<i>d</i> -又は <i>dl</i> -カンフル	5g
ヒドロキシプロピルセルロース	4g
水酸化カルシウム	1g
エタノール	4mL
常水, 精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

4 「ヒドロキシプロピルセルロース」に「常水」, 「精製  
5 水」又は「精製水(容器入り)」200mLを加えて溶かし, これ  
6 をあらかじめ「*d*-カンフル」又は「*dl*-カンフル」を「エ  
7 タノール」に溶かした後, 「イオウ」を加えて研和したもの  
8 に少量ずつ加えて研和する. 別に「水酸化カルシウム」に  
9 「常水」, 「精製水」又は「精製水(容器入り)」500mLを加  
10 え, 密栓して振り混ぜた後, 静置し, この上澄液300mLを  
11 前の混合物に加え, 更に「常水」, 「精製水」又は「精製水  
12 (容器入り)」を加えて全量を1000mLとし, 振り混ぜて製す  
13 る.

14 性状 本品は淡黄色の懸濁液である.

15 本品は放置するとき, 成分の一部を分離する.

16 確認試験

17 (1) 本品をよく振り混ぜ, その5mLに水25mLを加え, 遠  
18 心分離する[上澄液は(3)の試験に用いる]. 沈殿0.02gにピリ  
19 ジン2mL, 炭酸水素ナトリウム試液0.2mLを加え, 煮沸す  
20 るとき, 液は青色を呈する(イオウ).

21 (2) 本品をよく振り混ぜ, その10mLにジエチルエーテル  
22 5mLを加えて振り混ぜた後, ジエチルエーテル層を分取し,  
23 脱脂綿を用いてろ過する. 脱脂綿をジエチルエーテル少量で  
24 洗い, 洗液はジエチルエーテル液に合わせ, 水浴上で注意し  
25 ながらジエチルエーテルを留去する. 残留物をメタノール  
26 1mLに溶かし, 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液1mL  
27 を加え, 水浴上で約2分間加熱する. 冷後, 水を加えて約  
28 5mLとし, 放置した後, 生成した沈殿をガラスろ過器(G4)  
29 でろ過する. ろ過器上の残留物を洗液が無色となるまで水洗  
30 し, エタノール(95)10mLに溶かし, 水酸化ナトリウム試液  
31 5mLを加え, 2分間放置するとき, 液は赤色を呈する(*d*-又  
32 は*dl*-カンフル).

33 (3) (1)で得た上澄液はカルシウム塩の定性反応 (1.09) の  
34 (2)及び(3)を呈する.

35 貯法 容器 気密容器.

1 イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏

1 イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏

2 Sulfur, Salicylic Acid and Thianthol Ointment

3 製法

イオウ	100g
サリチル酸, 細末	30g
チアントール	100mL
酸化亜鉛, 微末	100g
単軟膏又は適当な軟膏基剤	適量
全量	1000g

4 以上をとり, 軟膏剤の製法により製する.

5 性状 本品は淡黄色である.

6 確認試験

7 (1) 本品0.5gに水10mLを加え, 加熱しながらよくかき混  
8 ぜ, 冷後, ろ過する. ろ液1mLに硝酸鉄(III)試液5mLを加え  
9 るとき, 液は紫色を呈する(サリチル酸).

10 (2) 本品1gにジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜる.  
11 上澄液及び浮遊物を除き, 残留物をジエチルエーテル10mL  
12 で洗った後, ジエチルエーテルを吸引により除く. 残留物に  
13 ピリジン2mL及び炭酸水素ナトリウム試液0.2mLを加えて  
14 煮沸するとき, 液は淡青色~青色を呈する(イオウ).

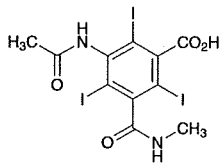
15 (3) 本品1gにエタノール(95)15mLを加え, 水浴上で加温  
16 しながらよくかき混ぜた後, 冷後, ろ過し, ろ液を試料溶液  
17 とする. 別にサリチル酸及びチアントール0.01gずつをそれ  
18 ぞれエタノール(95)5mLに溶かし, 標準溶液(1)及び標準溶  
19 液(2)とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー  
20 (2.03)により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
21 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
22 て調製した薄層板にスポットする. 次にクロロホルム/アセ  
23 トン/酢酸(100)混液(45:5:1)を展開溶媒として約10cm展  
24 開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長254nm)  
25 を照射するとき, 試料溶液から得た2個のスポットのR<sub>f</sub>値は,  
26 標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットの  
27 R<sub>f</sub>値に等しい. また, この薄層板に塩化鉄(III)試液を均等に  
28 噴霧するとき, 標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対  
29 応する位置の試料溶液から得たスポットは, 紫色を呈する.

30 貯法 容器 気密容器.

1 イオタラム酸

1 イオタラム酸

2 Iotalamic Acid



4  $C_{11}H_9I_3N_2O_4$  : 613.91

5 3-Acetylamino-2,4,6-triiodo-

6 5-(methylaminocarbonyl)benzoic acid

7 [2276-90-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、イオタラム酸  
9 ( $C_{11}H_9I_3N_2O_4$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の粉末で、においはない。

11 本品はエタノール(95)に溶けにくく、水に極めて溶けにく  
12 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

13 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 本品は光によって徐々に着色する。

15 確認試験

16 (1) 本品0.1gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生す  
17 る。

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

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品2.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶か  
24 すとき、液は無色澄明である。

25 (2) 芳香族第一アミン 本品0.50gをとり、水15mLを加  
26 え、氷冷しながら水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶か  
27 し、亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mLを加え、直ちに  
28 1mol/L塩酸試液12mLを加えて穏やかに振り混ぜる。正確に  
29 2分間放置した後、アミド硫酸アンモニウム試液8mLを加え、  
30 5分間しばしば振り混ぜる。次に1-ナフトールのエタノール  
31 (95)溶液(1→10)3滴を加えて1分間放置し、pH10.7のアン  
32 モニア・塩化アンモニウム緩衝液3.5mLを加え、混和した後、  
33 直ちに水を加えて正確に50mLとする。この液につき、同様  
34 に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法  
35 (2.24)により20分以内に試験を行うとき、波長485nmにお  
36 ける吸光度は0.25以下である。

37 (3) 可溶性ハロゲン化物 本品0.5gを薄めたアンモニア試  
38 液(1→40)20mLに溶かし、希硝酸6mLを加えて振り混ぜ、5  
39 分間放置した後、ろ過し、ろ液をネスラー管にとる。残留物  
40 を水20mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて  
41 50mLとする。これを検液とし、以下塩化物試験法(1.03)を  
42 準用する。比較液は0.01mol/L塩酸0.10mLに薄めたアンモ  
43 ニア試液(1→40)20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLと  
44 する。

45 (4) ヨウ素 本品0.20gを水酸化ナトリウム試液2.0mLに  
46 溶かし、0.5mol/L硫酸試液2.5mLを加え、時々振り混ぜなが  
47 ら10分間放置した後、クロロホルム5mLを加えてよく振り

48 混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

49 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
50 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
51 下)。

52 (6) ヒ素(1.11) 本品0.6gをとり、第3法により検液を調  
53 製し、試験を行う(3.3ppm以下)。

54 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

55 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、けん化フラ  
57 スコに入れ、水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし、亜鉛粉  
58 末1gを加え、還流冷却器を付けて30分間煮沸し、冷後、ろ  
59 過する。フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い、洗液は先のろ  
60 液に合わせる。この液に酢酸(100)5mLを加え、0.1mol/L硝  
61 酸銀液で滴定(2.50)する(指示薬：テトラプロモフェノール  
62 フタレインエチルエステル試液1mL)。ただし、滴定の終点  
63 は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする。

64 0.1mol/L硝酸銀液1mL=20.46mg  $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

65 貯法

66 保存条件 遮光して保存する。

67 容器 気密容器。



1 イオタラム酸ナトリウム注射液

2 Sodium Iotalamate Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する

5 イオタラム酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 613.91)を含む。

6 製法

(1)

イオタラム酸	645g
水酸化ナトリウム	42g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

(2)

イオタラム酸	772.5g
水酸化ナトリウム	50.5g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上(1)又は(2)をとり、注射剤の製法により製する。

8 性状 本品は無色~微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

9 本品は光によって徐々に着色する。

10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1gに対応する  
12 容量をとり、水25mLを加え、よくかき混ぜながら希塩酸  
13 2.5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガラ  
14 スろ過器(G4)で吸引ろ過し、水10mLずつで2回洗った後、  
15 105℃で1時間乾燥する。このものにつき、「イオタラム  
16 酸」の確認試験(2)を準用する。

17 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

18 pH (2.54) 6.5~7.7

19 純度試験

20 (1) 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「イオタラム  
21 酸」0.20gに対応する容量をとり、水15mLを加えて振り混  
22 ぜ、氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mLを加  
23 え、以下「イオタラム酸」の純度試験(2)を準用する。ただ  
24 し、吸光度は0.17以下である。

25 (2) ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「イオタラ  
26 ム酸」1.5gに対応する容量をとり、水20mL及び希硫酸5mL  
27 を加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ過  
28 する。ろ液にトルエン5mLを加えて激しく振り混ぜるとき、  
29 トルエン層は無色である。次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→  
30 100)2mLを加えて激しく振り混ぜるとき、トルエン層は次  
31 の比較液より濃くない。

32 比較液：ヨウ化カリウム0.25gを水に溶かし、1000mLと  
33 する。この液2.0mLに水20mLを加え、更に希硫酸5mL、  
34 トルエン5mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mL  
35 を加えて激しく振り混ぜる。

36 エンドトキシン (4.01) 3.4EU/mL未満。

37 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

38 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

39 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

40 無菌 (4.06) 直接法により試験を行うとき、適合する。

41 定量法 本品のイオタラム酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約4gに対応する容  
42 量を正確に量り、水を加えて正確に200mLとする。この液

43 2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとする。この  
44 液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
45 移動相を加えて100mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
46 イオタラム酸を105℃で4時間乾燥し、その約0.4gを精密に  
47 量り、水100mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶  
48 かし、更に水を加え、正確に200mLとする。この液5mLを  
49 正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを  
50 正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を  
51 加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
52 液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
53 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイオタ  
54 ラム酸のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

55 イオタラム酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

56 M<sub>S</sub>: 定量用イオタラム酸の秤取量(mg)

57 内標準溶液 L-トリプトファンの移動相溶液(3→2500)

58 試験条件

59 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240nm)

60 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
61 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
62 リカゲルを充てんする。

63 カラム温度：20℃付近の一定温度

64 移動相：リン酸3.9g及びトリエチルアミン2.8mLを水に  
65 混和し、2000mLとする。この液にアセトニトリル  
66 100mLを加える。

67 流量：イオタラム酸の保持時間が約6分になるように調  
68 整する。

69 システム適合性

70 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
71 操作するとき、イオタラム酸、内標準物質の順に溶出  
72 し、その分離度は5以上である。

73 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
75 に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏  
76 差は1.0%以下である。

77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 イオタラム酸メグルミン注射液

1 イオタラム酸メグルミン注射液

2 Meglumine Iotalamate Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する

5 イオタラム酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 613.91)を含む。

6 製法

(1)

イオタラム酸	227.59g
メグルミン	72.41g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

(2)

イオタラム酸	455g
メグルミン	145g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上(1)又は(2)をとり、注射剤の製法により製する。

8 性状 本品は無色~微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

9 本品は光によって徐々に着色する。

10 確認試験

11 (1) 本品1mLに1,2-ナフトキノロン-4-スルホン酸カリ  
12 ウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えると  
13 き、液は濃赤色を呈する。

14 (2) 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1gに対応する  
15 容量をとり、水25mLを加え、よくかき混ぜながら希塩酸  
16 2.5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガラ  
17 スろ過器(G4)で吸引ろ過し、水10mLずつで2回洗った後、  
18 105℃で4時間乾燥する。このものにつき、「イオタラム  
19 酸」の確認試験(2)を準用する。

20 旋光度 (2.49)

21 製法(1)によるもの  $\alpha_D^{20}$  : -1.67~-1.93°(100mm)。

22 製法(2)によるもの  $\alpha_D^{20}$  : -3.35~-3.86°(100mm)。

23 pH (2.54) 6.5~7.7

24 純度試験

25 (1) 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「イオタラム  
26 酸」0.20gに対応する容量をとり、水15mLを加えて振り混  
27 ぜ、氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mLを加  
28 え、以下「イオタラム酸」の純度試験(2)を準用する。ただ  
29 し、吸光度は0.17以下である。

30 (2) ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「イオタラ  
31 ム酸」1.5gに対応する容量をとり、水20mL及び希硫酸5mL  
32 を加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ過  
33 する。ろ液にトルエン5mLを加えて激しく振り混ぜるとき、  
34 トルエン層は無色である。次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→  
35 100)2mLを加えて激しく振り混ぜるとき、トルエン層は次  
36 の比較液より濃くない。

37 比較液 : ヨウ化カリウム0.25gを水に溶かし、1000mLと  
38 する。この液2.0mLに水20mLを加え、更に希硫酸5mL、  
39 トルエン5mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)2mL  
40 を加えて激しく振り混ぜる。

41 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

42 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

43 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

44 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
45 適合する。

46 定量法 本品のイオタラム酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約4gに対応する容  
47 量を正確に量り、水を加えて正確に200mLとする。この液  
48 2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとする。この  
49 液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
50 移動相を加えて100mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
51 イオタラム酸を105℃で4時間乾燥し、その約0.4gを精密に  
52 量り、水100mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶  
53 かし、更に水を加え、正確に200mLとする。この液5mLを  
54 正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを  
55 正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を  
56 加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
57 液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
58 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイオタ  
59 ラム酸のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

60 イオタラム酸(C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

61  $M_S$  : 定量用イオタラム酸の秤取量(mg)

62 内標準溶液 L-トリプトファンの移動相溶液(3→2500)

63 試験条件

64 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

65 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
66 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
67 リカゲルを充てんする。

68 カラム温度 : 20℃付近の一定温度

69 移動相 : リン酸3.9g及びトリエチルアミン2.8mLを水に  
70 溶かし、2000mLとする。この液にアセトニトリル  
71 100mLを加える。

72 流量 : イオタラム酸の保持時間が約6分になるように調  
73 整する。

74 システム適合性

75 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
76 操作するとき、イオタラム酸、内標準物質の順に溶出  
77 し、その分離度は5以上である。

78 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
79 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
80 に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏  
81 差は1.0%以下である。

82 貯法

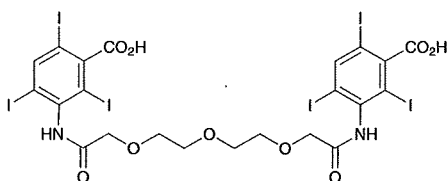
83 保存条件 遮光して保存する。

84 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

## 1 イオトロクス酸

### 1 イオトロクス酸

#### 2 Iotroxic Acid



3

4 C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>I<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub> : 1215.81

5 3,3'-(3,6,9-Trioxaundecanedioyl)diiminobis(2,4,6-

6 triiodobenzoic acid)

7 [51022-74-3]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イオトロクス酸(C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>I<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

11 本品は光によって徐々に着色する。

#### 14 確認試験

15 (1) 本品0.1gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

16 (2) 本品をメタノールに溶かした後、減圧下でメタノールを蒸発し、残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

#### 22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→5)10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

24 (2) 芳香族第一アミン 本品0.20gをとり、水5mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ、2分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液5mLを加えてよく振り混ぜ、1分間放置した後、1-ナフトールのエタノール(95)溶液(1→10)0.4mL、水酸化ナトリウム試液15mL及び水を加えて正確に50mLとする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長485nmにおける吸光度は0.22以下である。

25 (3) ヨウ素 本品0.20gを炭酸水素ナトリウム試液2.0mLに溶かし、トルエン5mLを加えてよく振り混ぜ、放置するとき、トルエン層は無色である。

26 (4) 遊離ヨウ素イオン 本品約5gを精密に量り、メグルミン溶液(3→20)12mLに溶かし、水を加えて70mLとし、酢酸(100)を加えてpHを約4.5に調整する。この液に0.1mol/L塩化ナトリウム試液2mLを加え、0.001mol/L硝酸銀液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。

43 0.001mol/L硝酸銀液1mL=0.1269mg I

44 脱水物に換算した本品に対するヨウ素イオンの量(%)を求めるとき、0.004%以下である。

46 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、強熱残分試験法(2.44)を準用して強熱し、以下第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)。

47 (6) 類縁物質 本品0.15gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/アセトン/ギ酸混液(6:4:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

60 水分(2.48) 1.0~2.0%(0.5g、容量滴定法、直接滴定)。

61 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

62 定量法 本品約0.5gを精密に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし、亜鉛粉末1gを加え、還流冷却器を付けて30分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に酢酸(100)5mLを加え、0.1mol/L硝酸銀液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。

68 0.1mol/L硝酸銀液1mL=20.26mg C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>I<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>

#### 69 貯法

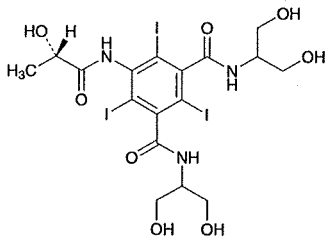
70 保存条件 遮光して保存する。

71 容器 気密容器。

1 イオパミドール

1 イオパミドール

2 Iopamidol



3

4 C<sub>17</sub>H<sub>22</sub>I<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>8</sub> : 777.09

5 *N,N'*-Bis[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl]-5-[(2*S*)-  
6 2-hydroxypropanoylamino]-2,4,6-triiodoisophthalamide  
7 [62883-00-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、イオパミドール  
9 (C<sub>17</sub>H<sub>22</sub>I<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>8</sub>)99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けにく  
12 く、エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

13 確認試験

14 (1) 本品0.05gに塩酸5mLを加え、水浴中で10分間加熱し  
15 た液は、芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。

16 (2) 本品0.1gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生す  
17 る。

18 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
19 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
20 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
21 同一波数のところと同様の強度の吸収を認める。

22 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_{D}^{20}$  : -4.6~-5.2°(乾燥後, 4g, 水, 加  
23 温, 冷後, 10mL, 100mm)。

24 純度試験

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

27 (2) 芳香族第一アミン 本品0.60gをとり、水8mLに溶か  
28 し、亜硝酸ナトリウム溶液(1→50)1mL及び2mol/L塩酸試液  
29 12mLを加えて振り混ぜ、2分間放置する。次にアミド硫酸  
30 アンモニウム溶液(1→10)1mLを加えてよく振り混ぜ、1分  
31 間放置した後、ナフチルエチレンジアミン試液1mL及び水  
32 を加えて正確に50mLとする。この液につき、同様に操作し  
33 て得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)  
34 により試験を行うとき、波長495nmにおける吸光度は0.12  
35 以下である(0.020%以下)。

36 (3) ヨウ素 本品2.0gを水25mLに溶かし、1mol/L硫酸  
37 5mL及びトルエン5mLを加えてよく振り混ぜ、放置すると  
38 き、トルエン層は無色である。

39 (4) 遊離ヨウ素イオン 本品約5gを精密に量り、水70mL  
40 に溶かし、希酢酸を加えてpH約4.5に調整する。この液に  
41 0.1mol/L塩化ナトリウム試液2mLを加え、0.001mol/L硝酸  
42 銀液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。ヨウ素イオンの量  
43 (%)を求めるとき、0.001%以下である。

44 0.001mol/L硝酸銀液1mL=0.1269mg I

45 (5) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、硫酸少量を加えて  
46 潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化後、一た  
47 ん放冷し、更に硫酸少量で潤して徐々に加熱し、白煙が生じ  
48 なくなった後、450~550°Cで強熱し、灰化する。以下第2法  
49 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加  
50 える(10ppm以下)。

51 (6) 類縁物質 本品0.10gをとり、水に溶かし、正確に10  
52 mLとし、試料溶液とする。別に*N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ  
53 -1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシアセチル  
54 アミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミド10mgをとり、  
55 水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
56 り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶  
57 液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体ク  
58 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液  
59 の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料  
60 溶液のイオパミドール以外のピークの各々のピーク面積は、  
61 標準溶液の*N,N'*-ビス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメ  
62 チル)エチル]-5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリ  
63 ヨードイソフタルアミドのピーク面積より大きくない。また、  
64 それらのピークの合計面積は、標準溶液の*N,N'*-ビス[2-  
65 ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキ  
66 シアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミドの  
67 ピーク面積の2.5倍より大きくない。

68 試験条件

69 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240nm)

70 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
71 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
72 リカゲルを充てんする。

73 カラム温度：35°C付近の一定温度

74 移動相A：水

75 移動相B：水/メタノール混液(3：1)

76 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
77 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 6	92	8
6 ~ 18	92 → 65	8 → 35
18 ~ 30	65 → 8	35 → 92
30 ~ 34	8	92

78 流量：毎分1.5mLになるように調整する。

79 面積測定範囲：イオパミドールの保持時間の約4.3倍の  
80 範囲

81 システム適合性

82 システムの性能：試料溶液1mL及び*N,N'*-ビス[2-ヒ  
83 ドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒド  
84 ロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタ  
85 ルアミド10mgを水に溶かし、100mLとする。この液  
86 20μLにつき、上記の条件で操作するとき、*N,N'*-ビ  
87 ス[2-ヒドロキシ-1-(ヒドロキシメチル)エチル]-  
88 5-ヒドロキシアセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイ  
89 ソフタルアミド、イオパミドールの順に溶出し、その  
90 分離度は7以上である。

91 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
92 で試験を6回繰り返すとき、*N,N'*-ビス[2-ヒドロキ

## 2 イオパミドール

- 93 シー1-(ヒドロキシメチル)エチル]-5-ヒドロキシ  
94 アセチルアミノ-2,4,6-トリヨードイソフタルアミ  
95 ドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
96 乾燥減量 (2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 3時間).  
97 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g).  
98 定量法 本品を乾燥し, その約0.5gを精密に量り, けん化フラ  
99 スコに入れ, 水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし, 亜鉛粉  
100 末1gを加え, 還流冷却器を付けて30分間煮沸し, 冷後, ろ  
101 過する. フラスコ及びろ紙を水50mLで洗い, 洗液は先のろ  
102 液に合わせる. この液に酢酸(100)5mLを加え, 0.1mol/L硝  
103 酸銀液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法).  
104 0.1mol/L硝酸銀液1mL=25.90mg  $C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$   
105 貯法  
106 保存条件 遮光して保存する.  
107 容器 密閉容器.

1 イクタモール

1 イクタモール

2 Ichthammol

3 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アンモニア  
4 (NH<sub>3</sub>: 17.03)2.5%以上、硫酸アンモニウム[(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:  
5 132.14]8.0%以下及び総イオウ[S: 32.07)として]10.0%以  
6 上を含む。

7 性状 本品は赤褐色～黒褐色の粘稠性のある液で、特異なにお  
8 がある。

9 本品は水と混和する。

10 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに一部溶ける。

11 確認試験

12 (1) 本品の水溶液(3→10)4mLに塩酸8mLを加えるとき、  
13 黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する。氷冷し  
14 て析出物を固まらせた後、傾斜して水層を除く。残留する析  
15 出物はジエチルエーテルで洗うとき一部溶けるが、洗液がほ  
16 とんど着色しなくなるまで洗っても溶けない。この残留物に  
17 つき、次の試験を行う。

18 (i) 残留物0.1gにエタノール(95)/ジエチルエーテル混液  
19 (1: 1)1mLを加えるとき溶ける。

20 (ii) 残留物0.1gに水2mLを加えるとき溶ける。この液1mL  
21 に塩酸0.4mLを加えるとき、黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂  
22 よう物質を析出する。

23 (iii) (ii)の水溶液1mLに塩化ナトリウム0.3gを加えるとき、  
24 黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する。

25 (2) 本品の水溶液(1→10)2mLに水酸化ナトリウム試液  
26 2mLを加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リ  
27 トマス紙を青変する。

28 乾燥減量 (2.41) 50%以下(0.5g, 105°C, 6時間)。

29 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(1g)。

30 定量法

31 (1) アンモニア 本品約5gを精密に量り、ケルダールフ  
32 ラスコに入れ、水60mL、1-オクタノール1mL及び水酸化  
33 ナトリウム溶液(2→5)4.5mLを加え、しぶき止めの付いた蒸  
34 留管及び冷却器を付ける。受器には正確に0.25mol/L硫酸  
35 30mLを加え、これに冷却器の下端を浸し、徐々に蒸留して  
36 留分約50mLをとり、過量の硫酸を0.5mol/L水酸化ナトリウ  
37 ム液で滴定 (2.50) する(指示薬: メチルレッド試液3滴)。同  
38 様の方法で空試験を行う。

39 0.25mol/L硫酸1mL=8.515mg NH<sub>3</sub>

40 (2) 硫酸アンモニウム 本品約1gを精密に量り、エタノ  
41 ール(95)25mLを加え、よく振り混ぜてろ過し、エタノール  
42 (95)/ジエチルエーテル混液(1: 1)で洗い、洗液が無色澄明  
43 となったとき、残留物及びろ紙を空气中で乾燥する。残留物  
44 を塩酸でわずかに酸性とした温湯200mLに溶かし、ろ過し、  
45 ろ液を煮沸し、塩化バリウム試液30mLを徐々に加え、水浴  
46 上で30分間加熱してろ過する。沈殿を水で洗い、乾燥し、  
47 更に恒量になるまで強熱し、質量を量り、硫酸バリウム  
48 (BaSO<sub>4</sub>: 233.39)の量とする。

49 硫酸アンモニウム[(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]の量(mg)

50 =硫酸バリウム(BaSO<sub>4</sub>)の量(mg)×0.566

51 (3) 総イオウ 本品約0.6gを精密に量り、200mLのケル  
52 ダールフラスコに入れ、水30mL及び塩素酸カリウム5gを加  
53 えた後、硝酸30mLを徐々に加え、液が5mLになるまで加熱  
54 し、塩酸25mLを用いて300mLのビーカーに洗い込み、加熱  
55 して5mLとする。これに水100mLを加え、煮沸してろ過し、  
56 水で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、煮沸し、塩化バリウム試  
57 液30mLを徐々に加え、水浴上で30分間加熱する。沈殿をろ  
58 取し、水で洗い、乾燥し、恒量になるまで強熱し、質量を量  
59 り、硫酸バリウム(BaSO<sub>4</sub>)の量とする。

60 総イオウ(S)の量(mg)

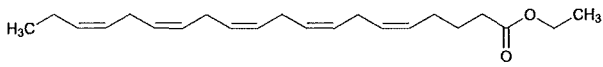
61 =硫酸バリウム(BaSO<sub>4</sub>)の量(mg)×0.137

62 貯法 容器 気密容器。

1 イコサペント酸エチル

1 イコサペント酸エチル

2 Ethyl Icosapentate



4 C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub> : 330.50

5 Ethyl(5Z,8Z,11Z,14Z,17Z)-icosa-5,8,11,14,17-  
6 pentaenoate

7 [86227-47-6]

8 本品は定量するとき、イコサペント酸エチル  
9 (C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>)96.5~101.0%を含む。

10 本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。

11 性状 本品は無色~微黄色の澄明な液で、わずかに特異なにお  
12 いがある。

13 本品はエタノール(99.5)、酢酸(100)、ヘキサンと混和する。

14 本品は水又はエチレングリコールにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品20mgに水酸化カリウムのエチレングリコール溶  
17 液(21→100)3mLを加え、窒素を送入した後、密栓し、  
18 180℃で15分間加熱する。冷後、メタノールを加えて  
19 100mLとする。この液4mLにメタノールを加えて100mLと  
20 した液につき、水酸化カリウムのエチレングリコール溶液  
21 (21→100)3mLを同様に操作して得た液を対照とし、紫外可  
22 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
23 品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸  
24 エチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを  
25 比較するとき、両者のスペクトルは、同一波長のところに同  
26 様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の液  
28 膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペ  
29 クトル又はイコサペント酸エチル標準品のスペクトルを比較  
30 するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強  
31 度の吸収を認める。

32 屈折率(2.45)  $n_D^{20}$  : 1.481~1.491

33 比重(2.56)  $d_{20}^{20}$  : 0.905~0.915

34 酸価(1.13) 0.5以下。

35 けん化価(1.13) 165~175

36 ヨウ素価(1.13) 365~395ただし、本品20mgをとり、試験  
37 を行う。

38 純度試験

39 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをエタノール(99.5)に混和し、  
40 希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を加えて50mLとする。こ  
41 れを検液として試験を行う。比較液は鉛標準液1.0mLに希酢  
42 酸2mL及びエタノール(99.5)を加えて50mLとする(10ppm以  
43 下)。

44 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
45 製し、試験を行う(2ppm以下)。

46 (3) 類縁物質 本品0.40gにヘキサンを加えて50mLとし、  
47 試料溶液とする。試料溶液1.5μLにつき、次の条件でガスク  
48 ロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。各々のピーク  
49 面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれら  
50 の量を求めるとき、イコサペント酸エチルに対する相対保持

51 時間約0.53のピーク面積は0.5%以下、イコサペント酸エチ  
52 ルに対する相対保持時間約0.80及び約0.93のピーク面積はそ  
53 れぞれ1.0%以下で、主ピーク及び上記以外のピークの面積  
54 はそれぞれ1.0%以下である。また、主ピーク以外のピーク  
55 の合計面積は3.5%以下である。

56 試験条件

57 検出器、カラム、カラム温度、キャリアガス及び流量  
58 は定量法の試験条件を準用する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイコサペント酸エ  
60 チルの保持時間の約2.5倍の範囲

61 システム適合性

62 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

63 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、ヘキサンを  
64 加えて正確に100mLとし、システム適合性試験用溶  
65 液とする。システム適合性試験用溶液1mLを正確に  
66 量り、ヘキサンを加えて正確に10mLとする。この液  
67 1.5μLから得たイコサペント酸エチルのピーク面積が、  
68 システム適合性試験用溶液のイコサペント酸エチルの  
69 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

70 システムの再現性：システム適合性試験用溶液1.5μLに  
71 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、イコサ  
72 ペント酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%  
73 以下である。

74 (4) 過酸化物質 本品約1gを精密に量り、200mLの共栓付  
75 き三角フラスコにとり、酢酸(100)/クロロホルム混液(3:  
76 2)25mLを加え、静かに振り混ぜて溶かす。この液に飽和ヨ  
77 ウ化カリウム試液1mLを加え、直ちに密栓し、ゆるく振り  
78 混ぜた後、暗所に10分間放置する。次に水30mLを加え、5  
79 ~10秒間激しく振り混ぜた後、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウ  
80 ム液を用いて滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点はデン  
81 ブン試液1mLを加え、生じた青色が脱色するときとする。  
82 次式により過酸化物質の量を求めるとき、2mEq/kg以下であ  
83 る。

84 過酸化物質の量(mEq/kg) =  $V/M \times 10$

85  $V$  : 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

86  $M$  : 本品の秤取量(g)

87 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

88 定量法 本品約0.4gを精密に量り、ヘキサンを加えて正確に  
89 50mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを  
90 正確に加えて試料溶液とする。別にイコサペント酸エチル標  
91 準品約80mgを精密に量り、ヘキサンを加えて正確に10mL  
92 とする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確  
93 に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3μLにつ  
94 き、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行  
95 い、内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチル  
96 のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

97 イコサペント酸エチル(C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

98 =  $M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

99  $M_S$  : イコサペント酸エチル標準品の秤取量(mg)

100 内標準溶液 ドコサン酸メチルのヘキサン溶液(1→125)  
101 試験条件

## 2 イコサペント酸エチル

- 102 検出器：水素炎イオン化検出器  
103 カラム：内径4mm、長さ1.8mのガラス管にガスクロマ  
104 トグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエ  
105 ステルを175～246 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケ  
106 イソウ土に25%の割合で被覆したものを充てんする。  
107 カラム温度：190℃付近の一定温度  
108 キャリヤーガス：窒素  
109 流量：イコサペント酸エチルの保持時間が約30分とな  
110 るように調整する。  
111 システム適合性  
112 システムの性能：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
113 作するとき、内標準物質、イコサペント酸エチルの順  
114 に流出し、その分離度は3以上である。  
115 システムの再現性：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
116 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
117 対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比の相対  
118 標準偏差は1.0%以下である。  
119 貯法  
120 保存条件 全満するか、又は空気を「窒素」で置換して保存  
121 する。  
122 容器 気密容器。

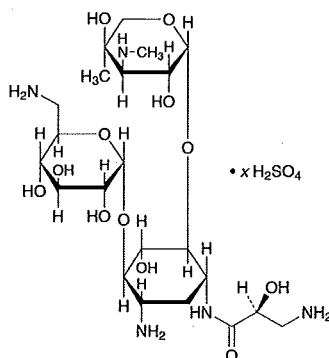


1 イセパマイシン硫酸塩

1 イセパマイシン硫酸塩

2 Isepamicin Sulfate

3 硫酸イセパマイシン



4

5  $C_{22}H_{43}N_5O_{12} \cdot xH_2SO_4$

6 6-Amino-6-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-

7 [3-deoxy-4-C-methyl-3-methylamino- $\beta$ -L-arabinopyranosyl-

8 (1 $\rightarrow$ 6)]-2-deoxy-1-N-[(2S)-3-amino-2-hydroxypropanoyl]-

9 D-streptamine sulfate

10 [67814-76-0]

11 本品は、*Micromonospora purpurea*の培養によって得ら  
12 れる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物ゲンタマ  
13 イシンBの誘導体の硫酸塩である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり680～  
15 780 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、イセパマイシ  
16 ン( $C_{22}H_{43}N_5O_{12}$  : 569.60)としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

18 本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール  
19 (95)にほとんど溶けない。

20 本品は吸湿性である。

21 確認試験

22 (1) 本品0.02gを水1mLに溶かし、アントロン試液3mLを  
23 加え、振り混ぜて放置するとき、液は青紫色を呈する。

24 (2) 本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品10mgずつを水  
25 5mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液  
26 につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
27 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
28 シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にア  
29 ンモニウム水(28)/エタノール(99.5)/1-ブタノール/クロロ  
30 ホルム混液(5 : 5 : 4 : 2)を展開溶媒として約15cm展開した  
31 後、薄層板を風乾する。これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1  
32 -ブタノール試液を均等に噴霧した後、約100 $^{\circ}$ Cで約10分間  
33 加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液か  
34 ら得たスポットは赤褐色を呈し、それらのR値は等しい。

35 (3) 本品0.01gを水1mLに溶かし、塩化バリウム試液1滴  
36 を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

37 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +100 $\sim$ +120 $^{\circ}$ (脱水物に換算したも  
38 の0.25g, 水, 25mL, 100mm)。

39 pH (2.54) 本品0.5gを水5mLに溶かした液のpHは5.5 $\sim$ 7.5  
40 である。

41 純度試験

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

44 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
45 試験を行う。ただし、比較液には鉛標準液1.0mLを加える  
46 (10ppm以下)。

47 (3) 類縁物質 定量法で得た試料溶液5 $\mu$ Lにつき、液体ク  
48 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、試料溶液の  
49 各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法  
50 によりそれらの量を求めるとき、イセパマイシンに対する相  
51 対保持時間約0.4のハバゲンタミンBは5.0%以下であり、イ  
52 セパマイシンに対する相対保持時間約1.3のゲンタマイシン  
53 Bは3.0%以下である。ただし、ゲンタマイシンBのピーク面  
54 積は感度係数1.11を乗じて補正する。

55 試験条件

56 装置、検出器、カラム、カラム温度、反応コイル、移動  
57 相、反応試薬、反応温度、移動相流量及び反応試薬流  
58 量は定量法の試験条件を準用する。

59 面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約2倍の範  
60 囲

61 システム適合性

62 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ  
63 ム適合性を準用する。

64 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、水を加えて  
65 正確に10mLとし、システム適合性試験用溶液とする。  
66 システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り、水を  
67 加えて正確に10mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たイセ  
68 パマイシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶  
69 液5 $\mu$ Lから得たイセパマイシンのピーク面積の7～  
70 13%になることを確認する。

71 水分 (2.48) 12.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定。た  
72 だし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミ  
73 ド/水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

74 強熱残分 (2.44) 1.0%以下(1g)。

75 定量法 本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品約20mg(力価)  
76 に対応する量を精密に量り、それぞれを水に溶かして正確に  
77 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
78 標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
79 ラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のイセパ  
80 マイシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

81 イセパマイシン( $C_{22}H_{43}N_5O_{12}$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$82 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

83  $M_S$  : イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

84 試験条件

85 装置：移動相及び反応試薬送液用の二つのポンプ、試料  
86 導入部、カラム、反応コイル、検出器並びに記録装置  
87 よりなり、反応コイルは恒温に保たれるものを用いる。  
88 検出器：蛍光検出器(励起波長：360nm, 測定波長：  
89 440nm)

90 カラム：内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
91 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
92 カゲルを充てんする。

93 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

## 2 イセパマイシン硫酸塩

- 94 反応コイル：内径0.25mm，長さ5mの管
- 95 移動相：無水硫酸ナトリウム28.41g及び1-ペンタンス
- 96 ルホン酸ナトリウム5.23gを水約900mLに溶かし，酢
- 97 酸(100)1mLを加えた後，水を加えて正確に1000mL
- 98 とする。
- 99 反応試薬：*o*-フタルアルデヒド0.4gをエタノール
- 100 (95)5mLに溶かした液，2-メルカプトエタノール
- 101 1mL及びラウロマクロゴール溶液(1→4)2mLを
- 102 pH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム
- 103 緩衝液500mLに加える。
- 104 反応温度：45℃付近の一定温度
- 105 移動相流量：毎分約0.6mL
- 106 反応試薬流量：毎分約0.5mL
- 107 システム適合性
- 108 システムの性能：ゲンタマイシンB 2mgを標準溶液
- 109 10mLに溶かし，この液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操
- 110 作するとき，イセパマイシン，ゲンタマイシンBの順
- 111 に溶出し，その分離度は1.0以上である。
- 112 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で
- 113 試験を5回繰り返すとき，イセパマイシンのピーク面
- 114 積の相対標準偏差は3.0%以下である。
- 115 貯法 容器 気密容器。

# 1 イセパマイシン硫酸塩注射液

## 1 イセパマイシン硫酸塩注射液

2 Isepamicin Sulfate Injection

3 硫酸イセパマイシン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
6 対応するイセパマイシン(C<sub>22</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>12</sub> : 569.60)を含む。

7 製法 本品は「イセパマイシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「イセパマイシン硫酸塩」  
11 20mg(力価)に対応する容量をとり、水を加えて10mLとし、  
12 試料溶液とする。別にイセパマイシン硫酸塩標準品20mg(力  
13 価)に対応する量をとり、水10mLに溶かし、標準溶液とす  
14 る。これらの液につき、「イセパマイシン硫酸塩」の確認試  
15 験(2)を準用する。

16 浸透圧比 別に規定する。

17 pH (2.54) 5.5～7.5

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

26 試験条件

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

31 面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約2倍の範  
32 囲

33 システム適合性

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

36 検出の確認：試料溶液1mLに水を加えて10mLとし、シ  
37 ステム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験  
38 用溶液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLと  
39 する。この液5μLから得たイセパマイシンのピーク面  
40 積が、システム適合性試験用溶液のイセパマイシンの  
41 ピーク面積の7～13%になることを確認する。

42 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mg(力価)未満。

43 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

44 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

45 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

46 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
47 適合する。

48 定量法 本品の「イセパマイシン硫酸塩」約0.2g(力価)に対応  
49 する容量を正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。  
50 この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、  
51 試料溶液とする。別にイセパマイシン硫酸塩標準品約  
52 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確

53 に100mLとし、標準溶液とする。以下「イセパマイシン硫  
54 酸塩」の定量法を準用する。

55 イセパマイシン(C<sub>22</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>12</sub>)の量[mg(力価)]

56  $=M_S \times A_T / A_S \times 10$

57  $M_S$  : イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

58 貯法 容器 密封容器。

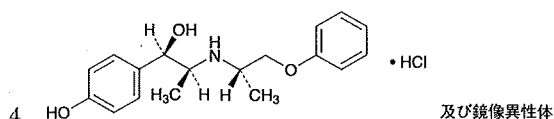
59 有効期間 製造後24箇月。

# 1 イソクスプリン塩酸塩

## 1 イソクスプリン塩酸塩

2 Isoxsuprine Hydrochloride

3 塩酸イソクスプリン



5  $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$  : 337.84

6 (1*RS*,2*SR*)-1-(4-Hydroxyphenyl)-2-[(2*SR*)-1-

7 phenoxypropan-2-yl]amino}propan-1-ol

8 monohydrochloride

9 [579-56-6]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、イソクスプリン塩酸

11 塩( $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である。

13 本品はギ酸又はメタノールにやや溶けやすく、水又はエタ

14 ノール(99.5)に溶けにくい。

15 融点：約204°C(分解)。

16 本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない。

### 17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→20000)につき、紫外可視吸光度測

19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク

20 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク

21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩

23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

24 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同

25 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品0.5gを水50mLに加温して溶かし、放冷した液は

27 塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

28 pH(2.54) 本品0.5gを水50mLに加温して溶かし、放冷した

29 液のpHは4.5~6.0である。

### 30 純度試験

31 (1) 溶状 本品0.1gを水10mLに必要なならば加温して溶か

32 し、放冷した液は無色澄明である。

33 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、

34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

35 下)。

36 (3) 類縁物質 本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料

37 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正

38 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

39 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ

40 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク

41 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイソクス

42 プリン以外のピーク面積は、標準溶液のイソクスプリンの

43 ピーク面積より大きくない。また、試料溶液のイソクスプリ

44 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のイソクスプリンの

45 ピーク面積の2倍より大きくない。

### 46 試験条件

47 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

48 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m

49 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

50 リカゲルを充てんする。

51 カラム温度：40°C付近の一定温度

52 移動相：リン酸水素二アンモニウム4.3g及び1-ペンタ

53 ンスルホン酸ナトリウム3.2gを水に溶かし、1000mL

54 とした液にリン酸を加えてpH2.5に調整する。この液

55 770mLにアセトニトリル230mLを加える。

56 流量：イソクスプリンの保持時間が約18分となるよう

57 に調整する。

58 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイソクスプリンの

59 保持時間の約3倍の範囲

### 60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液 1mLを正確に量り、移動相を加

62 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たイ

63 ソクスプリンのピーク面積が、標準溶液のイソクス

64 プリンのピーク面積の7~13%になることを確認する。

65 システムの性能：試料溶液1mLにパラオキシ安息香酸

66 メチル溶液(1→25000)2.5mLを加え、移動相を加えて

67 50mLとする。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操

68 作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、イソクス

69 プリンの順に溶出し、その分離度は4以上である。

70 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件

71 で試験を6回繰り返すとき、イソクスプリンのピーク

72 面積の相対標準偏差は2.5%以下である。

73 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 1時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

75 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、ギ酸5mL

76 に溶かし、無水酢酸/酢酸(100)混液(7:3)50mLを加え、

77 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の

78 方法で空試験を行い、補正する。

79 0.1mol/L過塩素酸1mL=33.78mg  $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$

80 貯法 容器 密閉容器。

1 イソクスプリン塩酸塩錠

1 イソクスプリン塩酸塩錠

2 Isoxsuprine Hydrochloride Tablets

3 塩酸イソクスプリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 イソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl: 337.84)を含む。

6 製法 本品は「イソクスプリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イソクスプリン塩  
9 酸塩」10mgに対応する量を取り、水150mLを加え、振り混  
10 ぜた後、水を加えて200mLとし、遠心分離する。上澄液を  
11 孔径0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過し、初めの  
12 ろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液につ  
13 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
14 測定するとき、波長267~271nm及び272~276nmに吸収の  
15 極大を示す。

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

18 本品1個をとり、メタノールを加え、振り混ぜながら崩壊  
19 させる。1mL中にイソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)  
20 約0.4mgを含む液となるようにメタノールを加え、正確にV  
21 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
22 以下定量法を準用する。

23 イソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)の量(mg)  
24  $=M_S \times A_T / A_S \times V \times 1 / 100$

25 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸イソクスプリンの秤取量(mg)

26 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
27 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
28 80%以上である。

29 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
30 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
31 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
32 正確に量り、表示量に従い1mL中にイソクスプリン塩酸塩  
33 (C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)約11µgを含む液となるように水を加えて  
34 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸イソ  
35 クスプリンを105°Cで1時間乾燥し、その約28mgを精密に量  
36 り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確  
37 に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
38 試料溶液及び標準溶液10µLずつを正確にとり、次の条件で  
39 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
40 れの液のイソクスプリンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

41 イソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)の表示量に対する  
42 溶出率(%)

43  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

44 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸イソクスプリンの秤取量(mg)

45 C: 1錠中のイソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)の表  
46 示量(mg)

47 試験条件

48 定量法の試験条件を準用する。

49 システム適合性

50 システムの性能: 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
51 操作するとき、イソクスプリンのピークの理論段数及  
52 びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以  
53 下である。

54 システムの再現性: 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
55 で試験を6回繰り返すとき、イソクスプリンのピーク  
56 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

57 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
58 とする。イソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)約40mgに  
59 対応する量を精密に量り、メタノール60mLを加え、20分間  
60 振り混ぜる。これにメタノールを加えて正確に100mLとし、  
61 遠心分離し、上澄液を孔径0.45µm以下のメンブランフィル  
62 ターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶  
63 液とする。別に定量用塩酸イソクスプリンを105°Cで1時間  
64 乾燥し、その約40mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
65 正確に100mLとする。この液を孔径0.45µm以下のメンブ  
66 ランフィルターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
67 を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10µLずつを正確  
68 にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
69 試験を行い、それぞれの液のイソクスプリンのピーク面積  
70 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

71 イソクスプリン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)の量(mg)  
72  $=M_S \times A_T / A_S$

73 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸イソクスプリンの秤取量(mg)

74 試験条件

75 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 269nm)  
76 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5µm  
77 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
78 リカゲルを充てんする。

79 カラム温度: 40°C付近の一定温度  
80 移動相: リン酸水素二アンモニウム4.3g及び1-ペンタ  
81 ンスルホン酸ナトリウム3.2gを水に溶かし、1000mL  
82 とした液に、リン酸を加えてpH2.5に調整する。この  
83 液600mLにメタノール400mLを加える。

84 流量: イソクスプリンの保持時間が約9分になるように  
85 調整する。

86 システム適合性

87 システムの性能: 標準溶液1mLを正確に量り、移動相  
88 を加えて正確に50mLとする。この液10µLにつき、  
89 上記の条件で操作するとき、イソクスプリンのピーク  
90 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000  
91 段以上、2.0以下である。

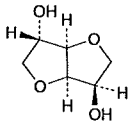
92 システムの再現性: 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
93 で試験を6回繰り返すとき、イソクスプリンのピーク  
94 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

95 貯法 容器 密閉容器。

# 1 イソソルビド

## 1 イソソルビド

2 Isosorbide



4  $C_6H_{10}O_4$  : 146.14

5 1,4 : 3,6-Dianhydro-D-glucitol

6 [652-67-5]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イソソルビ  
8 ド( $C_6H_{10}O_4$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は塊で、においはないか、又はわず  
10 かに特異なにおいがあり、味は苦い。

11 本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール  
12 (95)に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

13 本品は吸湿性である。

### 14 確認試験

15 (1) 本品0.1gに薄めた硫酸(1→2)6mLを加え、水浴中で加  
16 熱して溶かす。冷後、過マンガン酸カリウム溶液(1→  
17 30)1mLを加えてよく振り混ぜ、更に過マンガン酸カリウム  
18 の色が消えるまで水浴中で加熱する。この液に2,4-ジニト  
19 ロフェニルヒドラジン試液10mLを加え、水浴中で加熱する  
20 とき、だいたい色の沈殿を生じる。

21 (2) 本品2gにピリジン30mL及び塩化ベンゾイル4mLを加  
22 え、還流冷却器を付け、50分間煮沸した後、冷却し、この  
23 液を100mLの冷水中に徐々に流し込む。生じた沈殿をガラ  
24 スろ過器(G3)を用いてろ取し、水で洗い、エタノール(95)か  
25 ら2回再結晶し、デシケーター(減圧、シリカゲル)で、4時間  
26 乾燥するとき、その融点(2.60)は102~103℃である。

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

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +45.0~+46.0°(脱水物に換算した  
32 もの5g, 水, 50mL, 100mm)。

### 33 純度試験

34 (1) 溶状 本品25gをネスラー管にとり、水に溶かして  
35 50mLとすると、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃  
36 くない。

37 比較液 : 塩化コバルト(II)の色の比較原液1.0mL, 塩化鉄  
38 (III)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(II)の色の比較原  
39 液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液3.0mLを  
40 とり、水を加えて50mLとする。

41 (2) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
42 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)。

43 (3) 重金属(1.07) 本品5.0gをとり、第1法により操作し、  
44 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以  
45 下)。

46 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
47 製し、試験を行う(2ppm以下)。

48 (5) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、

49 試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、メタノールを  
50 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
51 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。

52 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
53 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
54 エタノール(95)/シクロヘキサン混液(1 : 1)を展開溶媒とし  
55 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにエタノール  
56 (95)/硫酸混液(9 : 1)を均等に噴霧し、150℃で30分間加  
57 熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
58 標準溶液から得たスポットより濃くない。

59 水分(2.48) 1.5%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

60 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

61 定量法 本品の換算した脱水物約10gを精密に量り、水に溶か  
62 し、正確に100mLとする。この液につき、旋光度測定法  
63 (2.49)により20 $\pm$ 1℃, 層長100mmで旋光度 $\alpha_D$ を測定する。

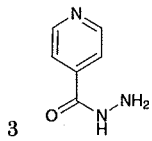
64 イソソルビド( $C_6H_{10}O_4$ )の量(g) =  $\alpha_D \times 2.1978$

65 貯法 容器 気密容器。

1 イソニアジド

1 イソニアジド

2 Isoniazid



4  $C_6H_7N_3O$  : 137.14

5 Pyridine-4-carbohydrazide

6 [54-85-3]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、イソニアジド  
8 ( $C_6H_7N_3O$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においは  
10 ない。

11 本品は水又は酢酸(100)に溶解やすく、エタノール(95)に  
12 やや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテル  
13 に極めて溶けにくい。

14 確認試験

15 (1) 本品約20mgを水に溶かし、200mLとする。この液  
16 5mLに0.1mol/L塩酸試液1mL及び水を加えて50mLとする。  
17 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
18 ペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクト  
19 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに  
20 同様の強度の吸収を認める。

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

25 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶  
26 かした液のpHは6.5~7.5である。

27 融点(2.60) 170~173°C

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
30 明である。

31 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
33 下)。

34 (3) ヒ素(1.11) 本品0.40gをとり、第3法により検液を  
35 調製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物の  
36 エタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後、過酸化水素  
37 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(5ppm以下)。

38 (4) ヒドラジン 本品0.10gを水5mLに溶かし、サリチル  
39 アルデヒドのエタノール(95)溶液(1→20)0.1mLを加え、速  
40 やかに振り混ぜ、5分間放置するとき、液は混濁しない。

41 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

42 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

43 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
44 (100)50mL及び無水酢酸10mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸  
45 で滴定(2.50)する(指示薬:p-ナフトールベンゼイン試液  
46 0.5mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色になると  
47 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

48 0.1mol/L過塩素酸1mL=13.71mg  $C_6H_7N_3O$

49 貯法

50 保存条件 遮光して保存する。

51 容器 気密容器。

## 1 イソニアジド錠

## 2 Isoniazid Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 イソニアジド( $C_6H_7N_3O$ : 137.14)を含む。

5 製法 本品は「イソニアジド」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イソニアジド」  
8 0.02gに対応する量を取り、水200mLを加えてよく振り混ぜ  
9 た後、ろ過する。この液5mLに0.1mol/L塩酸試液1mL及び  
10 水を加えて50mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測  
11 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長264  
12 ～268nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、1mL中にイソニアジド( $C_6H_7N_3O$ )約  
16 0.5mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし、  
17 よく振り混ぜて崩壊させる。この液をろ過し、初めのろ液  
18 10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、移動相を加えて  
19 正確に50mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

20 イソニアジド( $C_6H_7N_3O$ )の量(mg)

$$21 = M_s \times A_T / A_S \times V / 100$$

22  $M_s$ : 定量用イソニアジドの秤取量(mg)

23 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
24 毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間の溶出率は  
25 75%以上である。

26 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
27 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
28 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正  
29 確に量り、水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。  
30 別に定量用イソニアジドを105℃で2時間乾燥し、その約  
31 0.1gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
32 の液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。更  
33 にこの液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、  
34 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸  
35 光度測定法(2.24)により試験を行い、波長267nmにおける  
36 吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

37 イソニアジド( $C_6H_7N_3O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$38 = M_s \times A_T / A_S \times 1 / C \times 90$$

39  $M_s$ : 定量用イソニアジドの秤取量(mg)

40  $C$ : 1錠中のイソニアジド( $C_6H_7N_3O$ )の表示量(mg)

41 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
42 とする。イソニアジド( $C_6H_7N_3O$ )約0.1gに対応する量を精密  
43 に量り、水150mLを加え、30分間振り混ぜた後、水を加え  
44 て正確に200mLとし、ろ過する。初めのろ液10mLを除き、  
45 次のろ液5mLを正確に量り、移動相を加えて50mLとし、試  
46 料溶液とする。別に定量用イソニアジドを105℃で2時間乾  
47 燥し、その約50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
48 100mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて  
49 正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

50 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
51 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のイソニアジド  
52 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

53 イソニアジド( $C_6H_7N_3O$ )の量(mg) =  $M_s \times A_T / A_S \times 2$

54  $M_s$ : 定量用イソニアジドの秤取量(mg)

55 試験条件

56 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 265nm)  
57 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
58 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
59 リカゲルを充てんする。

60 カラム温度: 40℃付近の一定温度

61 移動相: リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし、  
62 1000mLとする。別にリン酸5.76gを水に溶かし  
63 1000mLとする。これらの液を混和してpH2.5に調整  
64 する。この液400mLにメタノール600mLを加え、更  
65 にトリデカンスルホン酸ナトリウム2.86gを加えて溶  
66 かし。

67 流量: イソニアジドの保持時間が約5分になるように調  
68 整する。

69 システム適合性

70 システムの性能: イソニアジド及びイソニコチン酸5mg  
71 ずつを移動相100mLに溶かした液10 $\mu$ Lにつき、上記  
72 の条件で操作するとき、イソニコチン酸、イソニアジ  
73 ドの順で溶出し、その分離度は1.5以上である。

74 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、イソニアジドのピーク面  
76 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 気密容器。



# 1 イソニアジド注射液

## 1 イソニアジド注射液

### 2 Isoniazid Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 イソニアジド(C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O：137.14)を含む。

6 製法 本品は「イソニアジド」をとり、注射剤の製法により製  
7 する。

8 性状 本品は無色澄明の液である。

9 pH：6.5～7.5

10 確認試験 本品の表示量に従い「イソニアジド」20mgに対応  
11 する容量をとり、水を加えて200mLとする。この液5mLに  
12 0.1mol/L塩酸試液1mL及び水を加えて50mLとする。この液  
13 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト  
14 ルを測定するとき、波長264～268nmに吸収の極大を示す。

15 エンドトキシン(4.01) 0.50EU/mg未満。

16 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

17 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

18 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

19 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
20 適合する。

21 定量法 本品のイソニアジド(C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O)約50mgに対応する容  
22 量を正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液  
23 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、移  
24 動相を加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用イソ  
25 ニアジドを105℃で2時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、  
26 水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
27 り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を加えて  
28 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLに  
29 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
30 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドの  
31 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

32 イソニアジド(C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

33  $M_S$ ：定量用イソニアジドの秤取量(mg)

34 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1  
35 →4000)

36 試験条件

37 検出器：紫外吸光度計(測定波長：265nm)

38 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
39 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
40 リカゲルを充てんする。

41 カラム温度：40℃付近の一定温度

42 移動相：リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし、  
43 1000mLとする。別にリン酸5.76gを水に溶かし  
44 1000mLとする。これらの液を混和してpH2.5に調整  
45 する。この液500mLにメタノール500mLを加え、更  
46 にトリデカンスルホン酸ナトリウム2.86gを加えて溶  
47 かす。

48 流量：イソニアジドの保持時間が約5分になるように調  
49 整する。

50 システム適合性

51 システムの性能：標準溶液5μLにつき、上記の条件で操

52 作するとき、イソニアジド、内標準物質の順に溶出し、  
53 その分離度は10以上である。

54 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
55 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
56 対するイソニアジドのピーク面積の比の相対標準偏差  
57 は1.3%以下である。

58 貯法

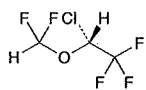
59 保存条件 遮光して保存する。

60 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

# 1 イソフルラン

## 1 イソフルラン

### 2 Isoflurane



4  $C_3H_2ClF_5O$  : 184.49

5 (2*RS*)-2-Chloro-2-(difluoromethoxy)-1,1,1-trifluoroethane

6 [26675-46-7]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イソフルラン( $C_3H_2ClF_5O$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は無色透明の流動性の液である。

10 本品はエタノール(99.5)、メタノール又は*o*-キシレンと混和する。

12 本品は水に溶けにくい。

13 本品は揮発性で引火性はない。

14 本品は旋光性を示さない。

15 屈折率  $n_D^{20}$  : 約1.30

16 沸点 : 47~50°C

### 17 確認試験

18 (1) 本品50 $\mu$ Lをとり、水40mLを吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応(1.09)を呈する。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイソフルラン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 比重(2.56)  $d_4^{20}$  : 1.500~1.520

### 27 純度試験

28 (1) 液性 本品10mLに新たに煮沸して冷却した水5mLを加え、1分間振り混ぜた後、分取した水層は中性である。

30 (2) 可溶性塩化物 本品60gをとり、水40mLを加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。その20mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、以下塩化物試験法(1.03)を準用する。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(3ppm以下)。

35 (3) 可溶性フッ化物 本品6gをとり、薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)12mLを加え、10分間振り混ぜた後、薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)層4.0mLをとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(III)試液混液(1:1:1)30mLを加え、水を加えて50mLとした後60分間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準溶液0.4mL及び薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)4.0mLをとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(III)試液混液(1:1:1)30mLを加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)4.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長600nmにおける試料溶

50 液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない(2ppm以下)。

52 フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム2.21gを正確に量り、  
53 水を加えて溶かして正確に1000mLとする。この液  
54 10mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとする。  
55 この液1mLはフッ素(F)0.01mgを含む。

56 (4) 類縁物質 本品を試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、*o*-キシレンを加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、*o*-キシレンを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイソフルラン以外のピークのピーク面積は、標準溶液のイソフルランのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のイソフルラン以外のピークの合計面積は、標準溶液のイソフルランのピーク面積の3倍より大きくない。

### 67 試験条件

68 検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する。

70 面積測定範囲：イソフルランの保持時間の約5倍の範囲システム適合性

72 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する。

74 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、*o*-キシレンを加えて正確に2mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たイソフルランのピーク面積が、標準溶液5 $\mu$ Lから得たイソフルランのピーク面積の35~65%になることを確認する。

79 (5) 過酸化物質 本品10mLをネスラー管にとり、新たに製したヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加えて激しく振り混ぜ、暗所に1時間放置するとき、水層は黄色を呈しない。

82 (6) 蒸発残留物 本品65mLを正確に量り、水浴上で蒸発し、残留物を105°Cで1時間乾燥するとき、その量は1.0mg以下である。

85 水分(2.48) 0.1%以下(2g, 電量滴定法)。

86 定量法 本品及びイソフルラン標準品(別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)5mLずつを正確に量り、それぞれに内標準物質として酢酸エチル3mLを正確に加えた後、*o*-キシレンを加えて50mLとする。これらの液5mLずつをとり、*o*-キシレンを加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイソフルランのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

95 本品5mL中のイソフルラン( $C_3H_2ClF_5O$ )の量(mg)

$$96 = V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.506$$

97  $V_S$  : 脱水物に換算したイソフルラン標準品の秤取量(mL)

98 1.506 : イソフルランの比重( $d_4^{20}$ )

### 99 試験条件

100 検出器：水素炎イオン化検出器

101 カラム：内径3mm, 長さ3.5mのステンレス管に, 125

## 2 イソフルラン

- 102            ~149 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に  
103            ガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ(エ  
104            チレンオキシ)エタノールを10%、ガスクロマトグラ  
105            フィー用ポリアルキレングリコールを15%の割合で  
106            被覆したものを充てんする。  
107            カラム温度：80℃付近の一定温度  
108            キャリヤーガス：窒素  
109            流量：イソフルランの保持時間が約7分になるように調  
110            整する。  
111            システム適合性  
112            システムの性能：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
113            作するとき、イソフルラン、内標準物質の順に流出し、  
114            その分離度は3以上である。  
115            システムの再現性：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
116            試験を6回繰り返すとき、イソフルランのピーク面積  
117            の相対標準偏差は1.0%以下である。  
118            貯法  
119            保存条件 30℃以下で保存する。  
120            容器 気密容器。

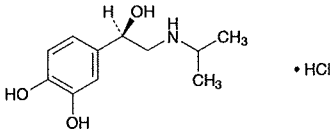
1 1-イソプレナリン塩酸塩

1 1-イソプレナリン塩酸塩

2 1-Isoprenaline Hydrochloride

3 1-塩酸イソプレナリン

4 1-塩酸イソプロテレノール



6  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$  : 247.72

7 4-[(1*R*)-1-Hydroxy-

8 2-[(1-methylethyl)amino]ethyl] benzene-

9 1,2-diol monohydrochloride

10 [51-30-9]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、1-イソプレナリン  
12 塩酸塩( $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$ )98.0%以上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

14 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、  
15 酢酸(100)、無水酢酸、ジエチルエーテル又はクロロホルム  
16 にほとんど溶けない。

17 本品は空気又は光によって徐々に着色する。

18 確認試験

19 (1) 本品0.01gを水5mLに溶かし、塩化鉄(III)試液1滴を加  
20 えると、液は濃緑色を呈し、放置するとき、黄緑色を経て  
21 褐色に変わる。

22 (2) 本品1mgずつを試験管A及びBにとり、それぞれを水  
23 1mLずつに溶かし、AにpH3.5のフタル酸水素カリウム緩衝  
24 液10mLを、BにpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加える。そ  
25 れぞれにヨウ素試液1mLずつを加えて5分間放置した後、チ  
26 オ硫酸ナトリウム試液2mLずつを加えると、Aは赤色を呈  
27 し、Bは濃赤色を呈する。

28 (3) 本品0.01gを水1mLに溶かし、リントングステン酸試  
29 液1mLを加えると、淡褐色の沈殿を生じる。

30 (4) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき、紫  
31 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
32 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
33 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
34 認める。

35 (5) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
36 呈する。

37 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -36~-41°(乾燥後、0.25g、水、  
38 25mL、100mm)。

39 pH(2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.5~  
40 5.5である。

41 純度試験

42 (1) 溶状 本品1.0gを0.1mol/L塩酸試液20mLに溶かすと  
43 き、液は無色澄明である。

44 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.10gをと、試験を行う。比較  
45 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.192%以下)。

46 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをと、第1法により操作し、  
47 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
48 下)。

49 (4) イソプロテレノン 本品50mgをと、0.01mol/L塩  
50 酸試液に溶かし、正確に25mLとする。この液につき、紫外  
51 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長  
52 310nmにおける吸光度は0.040以下である。

53 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、シリカゲル、4時間)。

54 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸(100)  
56 /無水酢酸混液(3:2)100mLを加え、加温して溶かす。冷  
57 後、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同  
58 様の方法で空試験を行い、補正する。

59 0.1mol/L過塩素酸1mL=24.77mg  $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$

60 貯法

61 保存条件 遮光して保存する。

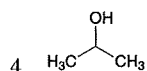
62 容器 気密容器。

1 イソプロパノール

1 イソプロパノール

2 Isopropanol

3 イソプロピルアルコール



5 C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O : 60.10

6 Propan-2-ol

7 [67-63-0]

8 性状 本品は無色澄明の液で、特異なおいがある。

9 本品は水、メタノール、エタノール(95)又はジエチルエー  
10 テルと混和する。

11 本品は燃えやすく、揮発性である。

12 確認試験

13 (1) 本品1mLにヨウ素試液2mL及び水酸化ナトリウム試  
14 液2mLを加えて振り混ぜるとき、淡黄色の沈殿を生じる。

15 (2) 本品5mLに二クロム酸カリウム試液20mL及び硫酸  
16 5mLを注意して加え、水浴中で穏やかに加熱するとき、ア  
17 セトン臭を發し、發生するガスは、サリチルアルデヒドのエ  
18 タノール(95)溶液(1→10)及び水酸化ナトリウム溶液(3→10)  
19 で潤したろ紙を赤褐色に変える。

20 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 0.785~0.788

21 純度試験

22 (1) 溶状 本品2.0mLに水8mLを加えて振り混ぜるとき、  
23 液は澄明である。

24 (2) 酸 本品15.0mLに新たに煮沸して冷却した水50mL  
25 及びフェノールフタレイン試液2滴を加え、これに  
26 0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき、液は  
27 赤色を呈する。

28 (3) 蒸発残留物 本品20.0mLを水浴上で蒸発し、残留物  
29 を105℃で1時間乾燥するとき、その量は1.0mg以下である。

30 水分 (2.48) 0.75w/v%以下(2mL, 容量滴定法, 直接滴定)。

31 蒸留試験 (2.57) 81~83℃, 94vol%以上。

32 貯法

33 保存条件 火気を避けて保存する。

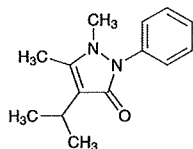
34 容器 気密容器。

1 イソプロピルアンチピリン

1 イソプロピルアンチピリン

2 Isopropylantipyryne

3 プロピフェナゾン



4

5  $C_{14}H_{18}N_2O$  : 230.31

6 1,5-Dimethyl-4-(1-methylethyl)-2-phenyl-

7 1,2-dihydro-3H-pyrazol-3-one

8 [479-92-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、イソプロピルアンチ  
10 ピリン( $C_{14}H_{18}N_2O$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味はわずかに苦い。

13 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、エタノール(95)又  
14 はアセトンに溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けやす  
15 く、水に溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→500)2mLに塩化鉄(III)試液1滴を加  
18 えるとき、液は淡赤色を呈し、更にこの液に硫酸3滴を加え  
19 るとき、微黄色に変わる。

20 (2) ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液5mLに塩化鉄(III)  
21 試液1~2滴を加え、これに本品の水溶液(1→500)5mLを加  
22 えるとき、液は徐々に暗緑色を呈する。

23 (3) 本品の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液2~3滴  
24 を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

25 融点 (2.60) 103~105°C

26 純度試験

27 (1) 塩化物 (1.03) 本品1.0gを希エタノール30mLに溶か  
28 し、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液と  
29 し、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに希硝酸  
30 6mL、希エタノール30mL及び水を加えて50mLとする  
31 (0.014%以下)。

32 (2) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0gを希エタノール30mLに溶か  
33 し、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液と  
34 し、試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLに希塩酸  
35 1mL、希エタノール30mL及び水を加えて50mLとする  
36 (0.019%以下)。

37 (3) 重金属 (1.07) 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし、  
38 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
39 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL、アセ  
40 トン25mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

41 (4) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
42 製し、試験を行う(2ppm以下)。

43 (5) アンチピリン 本品1.0gを希エタノール10mLに溶か  
44 し、亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希硫酸1mLを加えると  
45 き、液は緑色を呈しない。

46 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 5時間)。

47 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸(100)  
49 /無水酢酸混液(2:1)60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で  
50 滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
51 補正する。

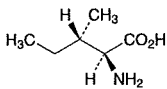
52 0.1mol/L過塩素酸1mL=23.03mg  $C_{14}H_{18}N_2O$

53 貯法 容器 気密容器。

1 L-イソロイシン

1 L-イソロイシン

2 L-Isoleucine



3

4 C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub> : 131.17

5 (2*S*,3*S*)-2-Amino-3-methylpentanoic acid

6 [73-32-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-イソロイシン

8 (C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
10 又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

11 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノー  
12 ル(95)にほとんど溶けない。

13 本品は希塩酸に溶ける。

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

18 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +39.5~+41.5°(乾燥後, 1g,  
19 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

20 pH (2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5~  
21 6.5である。

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品0.5gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき、  
24 液は無色澄明である。

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

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

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

31 (5) 重金属 (1.07) 本品1.0gに水40mL及び希酢酸2mLを  
32 加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて50mLとする。こ  
33 れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢  
34 酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

35 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第2法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (7) 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし、試料溶液  
38 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
39 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
40 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
41 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
42 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
43 製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢  
44 酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
45 薄層板を80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリンのア  
46 セトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間加熱  
47 するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
48 標準溶液から得たスポットより濃くない。

49 乾燥減量 (2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 3時間)。

50 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品を乾燥し、その約0.13gを精密に量り、ギ酸3mL  
52 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
53 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
54 補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=13.12mg C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>

56 貯法 容器 気密容器。

1 イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒

1 イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒

2 L-Isoleucine, L-Leucine and L-Valine Granules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応するL  
4 イソロイシン(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>: 131.17), L-ロイシン  
5 (C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>: 131.17)及びL-バリン(C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>: 117.15)を  
6 含む。

7 製法 本品は「L-イソロイシン」, 「L-ロイシン」及び「L-  
8 バリン」をとり、顆粒剤の製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「L-イソロイシン」  
10 約92mgに対応する量を取り、移動相に溶かし、100mL  
11 とし、試料溶液とする。別にL-イソロイシン0.46g, L-ロ  
12 イシン0.92g及びL-バリン0.55gを移動相に溶かし、100mL  
13 とする。この液10mLをとり、移動相を加えて50mLとし、  
14 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の  
15 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うと  
16 き、試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれのピークの保持  
17 時間は等しい。

18 試験条件

19 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 210nm)

20 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に3μm  
21 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
22 リカゲルを充てんする。

23 カラム温度: 40℃付近の一定温度

24 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物31.2gを水  
25 1000mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.8に調整する。  
26 この液970mLにアセトニトリル30mLを加える。

27 流量: L-バリンの保持時間が約2.5分になるように調整  
28 する。

29 システム適合性

30 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
31 操作するとき、バリン、イソロイシン、ロイシンの順  
32 に溶出し、イソロイシンとロイシンの分離度は1.5以  
33 上である。

34 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
35 で試験を6回繰り返すとき、イソロイシン、ロイシン  
36 及びバリンの保持時間の相対標準偏差は、それぞれ  
37 1.0%以下である。

38 製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均  
39 一性試験を行うとき、適合する。

40 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、内標準溶液V  
41 /25mLを正確に加え、更に1mL中にL-イソロイシン  
42 (C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)約3.8mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試  
43 液を加えて溶かし、V mLとする。この液2mLを量り、  
44 0.02mol/L塩酸試液を加えて200mLとし、試料溶液とする。  
45 以下定量法を準用する。

46 L-イソロイシン(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$47 = M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times V / 50$$

48 L-ロイシン(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$49 = M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times V / 50$$

50 L-バリン(C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg) =  $M_{Sc} \times Q_{Tc} / Q_{Sc} \times V / 50$

51  $M_{Sa}$ : 定量用L-イソロイシンの秤取量(mg)

52  $M_{Sb}$ : 定量用L-ロイシンの秤取量(mg)

53  $M_{Sc}$ : 定量用L-バリンの秤取量(mg)

54 内標準溶液 グリシンの0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20)

55 崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。ただし、試験時  
56 間は15分間とする。

57 定量法 本品10包以上をとり、内容物を取り出し、粉末とす  
58 る。L-イソロイシン(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)約0.95gに対応する量を精  
59 密に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、0.1mol/L塩酸試  
60 液に溶かし、250mLとする。この液2mLを量り、0.02mol/L  
61 塩酸試液を加えて200mLとし、試料溶液とする。別に定量  
62 用L-イソロイシン、定量用L-ロイシン及び定量用L-バリン  
63 を105℃で3時間乾燥し、それぞれ約0.2g, 約0.4g及び約  
64 0.24gを精密に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、更に  
65 0.1mol/L塩酸試液を加えて溶かし、100mLとする。この液  
66 2mLを量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて100mLとし、標準  
67 溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の条件  
68 で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料  
69 溶液の内標準物質のピーク面積に対するL-イソロイシン、  
70 L-ロイシン及びL-バリンのピーク面積の比  $Q_{Ta}$ ,  $Q_{Tb}$ 及び  
71  $Q_{Tc}$ 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するL-  
72 イソロイシン、L-ロイシン及びL-バリンのピーク面積の  
73 比  $Q_{Sa}$ ,  $Q_{Sb}$ 及び  $Q_{Sc}$ を求める。

74 L-イソロイシン(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$75 = M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 5$$

76 L-ロイシン(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg) =  $M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 5$

77 L-バリン(C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg) =  $M_{Sc} \times Q_{Tc} / Q_{Sc} \times 5$

78  $M_{Sa}$ : 定量用L-イソロイシンの秤取量(mg)

79  $M_{Sb}$ : 定量用L-ロイシンの秤取量(mg)

80  $M_{Sc}$ : 定量用L-バリンの秤取量(mg)

81 内標準溶液 グリシンの0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20)

82 試験条件

83 検出器: 可視吸光度計(測定波長: 570nm)

84 カラム: 内径4.6mm, 長さ6cmのステンレス管に3μm  
85 のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマ  
86 トグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充て  
87 んする。

88 カラム温度: 57℃付近の一定温度

89 反応槽温度: 130℃付近の一定温度

90 反応時間: 約1分

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



2 イソロイシン・ロイシン・バリン顆粒

	移動相 A	移動相 B	移動相 C	移動相 D	移動相 E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	—
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	—
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	—
水酸化ナトリウム	—	—	—	—	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	—	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	—	—
ベンジルアルコール	—	—	—	5mL	—
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

94 移動相の切換え：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
 95 操作するとき、内標準物質、バリン、イソロイシン及  
 96 びロイシンの順に溶出し、イソロイシンとロイシンの  
 97 分離度が1.2以上になるように、移動相A、移動相B、  
 98 移動相C、移動相D及び移動相Eを順次切り換える。

99 反応試薬：酢酸リチウム二水和物407gを水に溶かし、  
 100 酢酸(100)245mL、1-メトキシ-2-プロパノール  
 101 801mL及び水を加えて2000mLとし、10分間窒素を  
 102 通じ、(I)液とする。別に1-メトキシ-2-プロパノ  
 103 ール1957mLにニンヒドリン77gを加え、5分間窒素を  
 104 通じた後、水素化ホウ素ナトリウム0.161gを加え、  
 105 30分間窒素を通じる。この液に等容量の(I)液を加え  
 106 る。用時製する。

107 移動相流量：毎分0.40mL

108 反応試薬流量：毎分0.35mL

109 システム適合性

110 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
 111 操作するとき、内標準物質、バリン、イソロイシン及  
 112 びロイシンの順に溶出し、イソロイシンとロイシンの  
 113 分離度は1.2以上である。

114 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
 115 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
 116 に対するイソロイシン、ロイシン及びバリンのピーク  
 117 面積の比の相対標準偏差は、それぞれ1.0%以下であ  
 118 る。

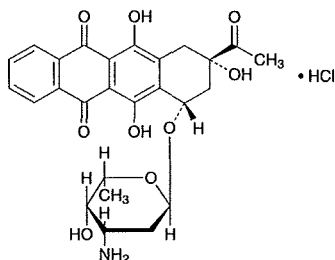
119 貯法 容器 気密容器。

1 イダルビシン塩酸塩

1 イダルビシン塩酸塩

2 Idarubicin Hydrochloride

3 塩酸イダルビシン



4

5  $C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$  : 533.95

6 (2*S*,4*S*)-2-Acetyl-4-(3-amino-2,3,6-trideoxy- $\alpha$ -L-xylo-

7 hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-

8 1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

9 [57852-57-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり960～  
11 1030 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、イダルビシン  
12 ン塩酸塩( $C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$ )としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は黄赤色の粉末である。

14 本品はメタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール  
15 (95)に溶けにくく、アセトニトリル又はジエチルエーテルに  
16 ほとんど溶けない。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
19 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイダルビシン塩酸  
21 塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較  
22 するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強  
23 度の吸収を認める。

24 (2) 本品及びイダルビシン塩酸塩標準品につき、赤外吸収  
25 スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験  
26 を行い、本品のスペクトルとイダルビシン塩酸塩標準品のス  
27 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のと  
28 ころに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品2mgを水3mLに溶かし、希硝酸1mL及び硝酸銀  
30 試液3滴を加えるとき、液は白濁する。

31 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (482nm) : 204～210(脱水物に換算したも  
32 の20mg, メタノール, 1000mL)。

33 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +191～+197°(脱水物に換算したも  
34 の20mg, メタノール, 20mL, 100mm)。

35 pH(2.54) 本品0.05gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～  
36 6.5である。

37 純度試験

38 (1) 溶状 別に規定する。

39 (2) 重金属 別に規定する。

40 (3) 類縁物質 別に規定する。

41 (4) 残留溶媒 別に規定する。

42 水分(2.48) 5.0% 以下(0.1g, 電量滴定法)。

43 強熱残分 別に規定する。

44 エンドトキシン(4.01) 8.9EU/mg(力価)未満。

45 定量法 本品及びイダルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に  
46 対応する量を精密に量り、それぞれをラウリル硫酸ナトリウ  
47 ムを含まない移動相に溶かして正確に50mLとし、試料溶液  
48 及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正  
49 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
50 り試験を行い、それぞれの液のイダルビシンのピーク面積  
51  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

52 イダルビシン塩酸塩( $C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

53  $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

54  $M_S$  : イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

55 試験条件

56 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

57 カラム : 内径3.9mm, 長さ15cmのステンレス管に4 $\mu$ m  
58 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
59 リカゲルを充てんする。

60 カラム温度 : 35℃付近の一定温度

61 移動相 : リン酸二水素カリウム10.2gを水に溶かし、リ  
62 ン酸1mL及び水を加えて750mLとした液にテトラヒ  
63 ドロフラン250mLを加える。この液500mLにラウリ  
64 ル硫酸ナトリウム0.72g及び*N,N*-ジメチル-*n*-オ  
65 クチルアミン0.5mLを加えた後、2mol/L水酸化ナト  
66 リウム試液を加えてpH4に調整する。

67 流量 : イダルビシンの保持時間が約15分になるように  
68 調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
71 操作するとき、イダルビシンのピークの理論段数は、  
72 3000段以上である。

73 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、イダルビシンのピーク面  
75 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 貯法 容器 気密容器。

# 1 注射用イダルビシン塩酸塩

## 1 注射用イダルビシン塩酸塩

2 Idarubicin Hydrochloride for Injection

3 注射用塩酸イダルビシン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0~110.0%に  
6 対応するイダルビシン塩酸塩(C<sub>26</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>9</sub>・HCl : 533.95)を  
7 含む。

8 製法 本品は、「イダルビシン塩酸塩」をとり、注射剤の製法  
9 により製する。

10 性状 本品は黄赤色の塊である。

11 確認試験

12 (1) 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」2mg(力  
13 価)に対応する量を取り、水酸化ナトリウム試液5mLに溶か  
14 すとき、液は青紫色を呈する。

15 (2) 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」1mg(力  
16 価)に対応する量を取り、水1mLに溶かし、メタノールを加  
17 えて100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
18 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長250~  
19 254nm, 285~289nm, 480~484nm及び510~520nmに吸  
20 収の極大を示す。

21 pH (2.54) 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」  
22 5mg(力価)に対応する量を取り、水5mLに溶かした液のpH  
23 は5.0~7.0である。

24 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」  
25 5mg(力価)に対応する量を取り、水5mLに溶かすとき、液は  
26 黄赤色澄明である。

27 水分 (2.48) 本品1個の質量を精密に量り、次いでシリンジを  
28 用いて水分測定用メタノール5mLを加え、よく振り混ぜて  
29 内容物を溶かした後、その4mLを量り、容量滴定法の直接  
30 滴定により試験を行う。ただし、空試験には水分測定用メタ  
31 ノール4mLを用い、また、内容物の質量は、先のバイアル  
32 及びゴム栓を水、次いでエタノール(95)で洗い、105°Cで1  
33 時間乾燥後デシケーター中に移し室温になるまで放置した後、  
34 質量を精密に量り、先の本品の質量との差から求める(4.0%  
35 以下)。

36 エンドトキシン (4.01) 8.9EU/mg(力価)未満。

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

39 本品1個をとり、1mL中にイダルビシン塩酸塩  
40 (C<sub>26</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>9</sub>・HCl)0.2mg(力価)を含む液となるようにラウリ  
41 ル硫酸ナトリウムを含まない移動相を加えて正確にV mLと  
42 し、試料溶液とする。別にイダルビシン塩酸塩標準品約  
43 10mg(力価)に対応する量を精密に量り、ラウリル硫酸ナト  
44 リウムを含まない移動相に溶かし、正確に50mLとし、標準  
45 溶液とする。以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用す  
46 る。

47 イダルビシン塩酸塩(C<sub>26</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>9</sub>・HCl)の量[mg(力価)]

$$48 = M_S \times A_T / A_S \times V / 50$$

49 M<sub>S</sub> : イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

50 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

51 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

52 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
53 適合する。

54 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
55 「イダルビシン塩酸塩」約5mg(力価)に対応する量を精密に  
56 量り、ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして  
57 正確に25mLとし、試料溶液とする。別にイダルビシン塩酸  
58 塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り、ラウリ  
59 ル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし、正確に50mL  
60 とし、標準溶液とする。以下「イダルビシン塩酸塩」の定量  
61 法を準用する。

62 イダルビシン塩酸塩(C<sub>26</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>9</sub>・HCl)の量[mg(力価)]

$$63 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 2$$

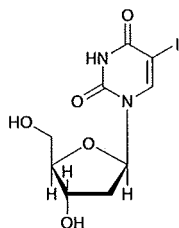
64 M<sub>S</sub> : イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

65 貯法 容器 密封容器。

1 イドクスウリジン

1 イドクスウリジン

2 Idoxuridine



3

4  $C_9H_{11}IN_2O_5$  : 354.10

5 5-Iodo-2'-deoxyuridine

6 [54-42-2]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、イドクスウリジン  
8 ( $C_9H_{11}IN_2O_5$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においは  
10 ない。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水に溶  
12 けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、ジエチルエ  
13 ーテルにほとんど溶けない。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

15 融点：約176°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gに水5mLを加え、加温して溶かした後、ジ  
18 フェニルアミン・酢酸試液5mLを加えて5分間加熱するとき、  
19 液は青色を呈する。

20 (2) 本品0.1gを加熱するとき、紫色のガスを発生する。

21 (3) 本品2mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液50mLに  
22 溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸  
23 収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペ  
24 クトル又はイドクスウリジン標準品について同様に操作して  
25 得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
26 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +28~+31°(乾燥後, 0.2g, 水酸化  
28 ナトリウム試液, 20mL, 100mm)。

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.20gを水酸化ナトリウム溶液(1→  
31 200)5mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

32 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。

35 (3) 類縁物質 本品0.10gをとり、希エタノール/アンモ  
36 ニア水(28)混液(99 : 1)10mLを正確に加えて溶かし、試料溶  
37 液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
38 により試験を行う。試料溶液50μLを薄層クロマトグラフィ  
39 ー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポ  
40 ットする。次に酢酸エチル/薄めた2-プロパノール(2→3)  
41 混液(4 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
42 風乾する。更に展開の方法を直角に変え、同様に操作して二  
43 次展開を行い、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
44 254nm)を照射するとき、主スポット以外のスポットを認め  
45 ない。

46 (4) ヨウ素及びヨウ化物 本品0.10gに水20mL及び水酸  
47 化ナトリウム試液5mLを加えて溶かした後、直ちに氷冷し  
48 ながら希硫酸5mLを加え、時々振り混ぜ10分間放置した後、  
49 ろ過する。ろ液をネスラー管に入れ、クロロホルム10mL及  
50 びヨウ素酸カリウム溶液(1→100)3滴を加え、30秒間振り混  
51 ぜた後、静置するとき、クロロホルム層は次の比較液より濃  
52 くない

53 比較液：ヨウ化カリウム0.111gを正確に量り、水に溶か  
54 し、1000mLとする。この液1mLを正確に量り、水  
55 19mL、水酸化ナトリウム試液5mL及び希硫酸5mLを加  
56 え、振り混ぜた後にろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、  
57 以下同様に操作する。

58 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(2g, 減圧, 60°C, 3時間)。

59 強熱残分(2.44) 0.3%以下(1g)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
61 チルホルムアミド80mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルア  
62 ンモニウムヒドロキシド液で滴定(2.50)する(指示薬：チモ  
63 ールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液5滴)。ただし、  
64 滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青色に変わるときとす  
65 る。同様の方法で空試験を行い、補正する。

66 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
67 =35.41mg  $C_9H_{11}IN_2O_5$

68 貯法

69 保存条件 遮光して保存する。

70 容器 気密容器。

# 1 イドクスウリジン点眼液

## 1 イドクスウリジン点眼液

### 2 Idoxuridine Ophthalmic Solution

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 イドクスウリジン(C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>IN<sub>2</sub>O<sub>6</sub>: 354.10)を含む。

5 製法 本品は「イドクスウリジン」をとり、点眼剤の製法によ  
6 り製する。

7 性状 本品は無色澄明の液である。

#### 8 確認試験

9 (1) 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5mgに対応  
10 する容量をとり、ジフェニルアミン・酢酸試液5mLを加え  
11 て20分間加熱するとき、液は淡青色を呈する。

12 (2) 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5mgに対応  
13 する容量を磁製のつぼにとり、無水炭酸ナトリウム0.1gを加  
14 え、徐々に加熱して蒸発乾固した後、残留物が灰化するまで  
15 強熱する。残留物を水5mLに溶かし、塩酸を加えて酸性と  
16 し、亜硝酸ナトリウム試液2~3滴を加えるとき、液は黄褐  
17 色を呈し、これにデンプン試液2~3滴を加えるとき、液は  
18 濃青色を呈する。

19 (3) 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」2mgに対応  
20 する容量をとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて  
21 50mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
22 により吸収スペクトルを測定するとき、波長277~281nmに  
23 吸収の極大を示す。

24 pH(2.54) 4.5~7.0

25 純度試験 5-ヨードウラシル及び2'-デオキシウリジン 本  
26 品の表示量に従い「イドクスウリジン」4.0mgに対応する容  
27 量を取り、水を加えて正確に5mLとし、試料溶液とする。  
28 別に液体クロマトグラフィー用5-ヨードウラシル12.0mg及  
29 び液体クロマトグラフィー用2'-デオキシウリジン4.0mgを  
30 とり、水に溶かし、正確に200mLとする。この液5mLを正  
31 確に量り、水を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。  
32 試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で  
33 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
34 れの液の5-ヨードウラシル及び2'-デオキシウリジンのピ  
35 ーク面積を測定するとき、試料溶液の5-ヨードウラシル及  
36 び2'-デオキシウリジンのピーク面積は、それぞれ標準溶液  
37 の5-ヨードウラシル及び2'-デオキシウリジンのピーク面  
38 積より大きくない。

#### 39 試験条件

40 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)  
41 カラム：内径3.9mm、長さ30cmのステンレス管に  
42 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
43 ル化シリカゲルを充てんする。  
44 カラム温度：25℃付近の一定温度  
45 移動相：水/メタノール混液(24：1)  
46 流量：2'-デオキシウリジンの保持時間が約6分になる  
47 ように調整する。

#### 48 システム適合性

49 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
50 操作するとき、2'-デオキシウリジン、5-ヨードウ  
51 ラシルの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。  
52 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件

53 で試験を6回繰り返すとき、2'-デオキシウリジンの  
54 ピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

55 不溶性異物(6.11) 試験を行うとき、適合する。

56 不溶性微粒子(6.08) 試験を行うとき、適合する。

57 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
58 適合する。

59 定量法 本品のイドクスウリジン(C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>IN<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)約3mgに対応す  
60 る容量を正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた後、  
61 水を加えて10mLとし、試料溶液とする。別にイドクスウリ  
62 ジン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し、その約10mgを精密  
63 に量り、水に溶かし、正確に10mLとする。この液3mLを正  
64 確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた後、水を加えて  
65 10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
66 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
67 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリ  
68 ジンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

69 イドクスウリジン(C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>IN<sub>2</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$70 = M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 10$$

71  $M_S$ ：イドクスウリジン標準品の秤取量(mg)

72 内標準溶液 スルファチアゾールの移動相溶液(1→4000)

#### 73 試験条件

74 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)  
75 カラム：内径3.9mm、長さ30cmのステンレス管に  
76 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
77 ル化シリカゲルを充てんする。  
78 カラム温度：25℃付近の一定温度  
79 移動相：水/メタノール混液(87：13)  
80 流量：イドクスウリジンの保持時間が約9分になるよう  
81 に調整する。

#### 82 システム適合性

83 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
84 操作するとき、イドクスウリジン、内標準物質の順に  
85 溶出し、その分離度は2.0以上である。

86 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
87 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
88 に対するイドクスウリジンのピーク面積の比の相対標準  
89 偏差は1.0%以下である。

#### 90 貯法

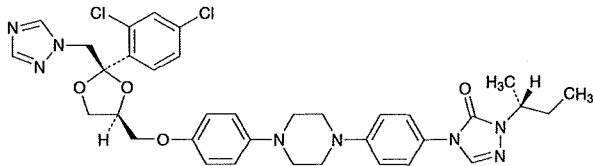
91 保存条件 遮光して、凍結を避け、冷所に保存する。

92 容器 気密容器。

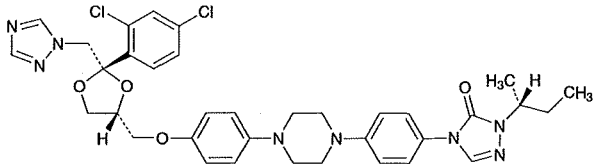
1 イトラコナゾール

1 イトラコナゾール

2 Itraconazole



及び鏡像異性体



及び鏡像異性体

3

4  $C_{35}H_{38}Cl_2N_8O_4$  : 705.63

5 4-(4-{4-[4-((2*RS*,4*SR*)-2-(2,4-Dichlorophenyl)-  
6 2-[(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)methyl]-1,3-dioxolan-  
7 4-yl)methoxy]phenyl]piperazin-1-yl}phenyl)-2-[(1*RS*)-  
8 1-methylpropyl]-2,4-dihydro-3*H*-1,2,4-triazol-3-one  
9 4-(4-{4-[4-((2*SR*,4*RS*)-2-(2,4-Dichlorophenyl)-  
10 2-[(1*H*-1,2,4-triazol-1-yl)methyl]-1,3-dioxolan-  
11 4-yl)methoxy]phenyl]piperazin-1-yl}phenyl)-2-[(1*RS*)-  
12 1-methylpropyl]-2,4-dihydro-3*H*-1,2,4-triazol-3-one  
13 [84625-61-6]

14 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、イトラコナ  
15 ゾール( $C_{35}H_{38}Cl_2N_8O_4$ )98.5~101.0%を含む。

16 性状 本品は白色の粉末である。

17 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、エ  
18 タノール(99.5)に極めて溶けにくく、水及び2-プロパノール  
19 にほとんど溶けない。

20 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→100)は旋光性  
21 を示さない。

22 確認試験

23 (1) 本品の2-プロパノール溶液(1→100000)につき、紫  
24 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
25 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
26 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
27 認める。

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

32 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
33 色を呈する。

34 融点(2.60) 166~170°C

35 純度試験

36 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
38 下)。

39 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール/テトラヒドロフ

40 ラン混液(1:1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液  
41 1mLを正確に量り、メタノール/テトラヒドロフラン混液  
42 (1:1)を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に  
43 量り、メタノール/テトラヒドロフラン混液(1:1)を加えて  
44 正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
45 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
46 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
47 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイトラコ  
48 ナゾール以外のピーク的面積は、標準溶液のイトラコナゾ  
49 ールのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のイトラコ  
50 ナゾール以外のピークの合計面積は、標準溶液のイトラコナ  
51 ゾールのピーク面積の2.5倍より大きくない。

52 試験条件

53 検出器：紫外吸光度計(測定波長：225nm)

54 カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に3μm  
55 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
56 リカゲルを充てんする。

57 カラム温度：30°C付近の一定温度

58 移動相A：硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(17  
59 →625)

60 移動相B：アセトニトリル

61 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
62 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 20	80 → 50	20 → 50
20 ~ 25	50	50

63 流量：毎分1.5mL

64 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイトラコナゾール  
65 の保持時間の約2倍の範囲

66 システム適合性

67 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
68 /テトラヒドロフラン混液(1:1)を加えて正確に10  
69 mLとする。この液10μLから得たイトラコナゾールの  
70 ピーク面積が、標準溶液のイトラコナゾールのピーク  
71 面積の7~13%になることを確認する。

72 システムの性能：本品1mg及び硝酸ミコナゾール1mgを  
73 メタノール/テトラヒドロフラン混液(1:1)20mLに  
74 溶かす。この液10μLにつき、上記の条件で操作する  
75 とき、ミコナゾール、イトラコナゾールの順に溶出し、  
76 その分離度は2.0以上である。

77 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
78 で試験を6回繰り返すとき、イトラコナゾールのピー  
79 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

80 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

81 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

82 定量法 本品約0.3gを精密に量り、2-ブタノン/酢酸(100)混  
83 液(7:1)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)す  
84 る(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

85 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.28mg  $C_{35}H_{38}Cl_2N_8O_4$

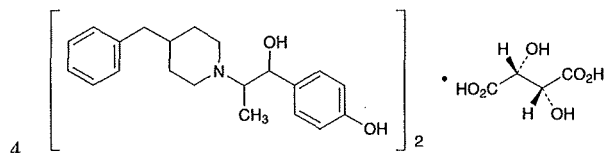
86 貯法 容器 気密容器。

1 イフェンプロジル酒石酸塩

1 イフェンプロジル酒石酸塩

2 Ifenprodil Tartrate

3 酒石酸イフェンプロジル



5  $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$  : 800.98

6 (1*R*S,2*S*R)-4-[2-(4-Benzylpiperidin-1-yl)-1-

7 hydroxypropyl]phenol hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

8 [23210-58-4]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イフェンブ  
10 ロジル酒石酸塩 $[(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶  
13 けやすく、水又はメタノールに溶けにくく、ジエチルエーテ  
14 ルにほとんど溶けない。

15 旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +11~+15°(脱水物に換算したもの1g、  
16 エタノール(95), 20mL, 100mm)。

17 融点 : 約148°C(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視  
20 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
21 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
22 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
23 る。

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

28 (3) 本品0.4gに水40mLを加え、加温して溶かす。冷後、  
29 この液にアンモニア試液0.5mLを加え、クロロホルム40mL  
30 ずつで2回抽出し、水層を分取する。水層30mLをとり、水  
31 浴上で蒸発乾固する。冷後、残留物を水6mLに溶かした液  
32 は、酒石酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

33 純度試験

34 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
36 下)。

37 (2) 類縁物質 本品0.30gを薄めたエタノール(3→4)10mL  
38 に溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、薄  
39 めたエタノール(3→4)を加えて正確に200mLとし、標準溶  
40 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
41 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつ  
42 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
43 層板にスポットする。次に、酢酸エチル/ヘキサン/1-ブ  
44 タノール/アンモニア水(28)混液(140 : 40 : 20 : 1)を展開溶  
45 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにヘ  
46 キサククロ白金(IV)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧す  
47 るとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標

48 準溶液から得たスポットより濃くない。

49 水分(2.48) 4.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、  
52 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
53 方法で空試験を行い、補正する。

54 0.1mol/L過塩素酸1mL = 40.05mg  $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$

55 貯法

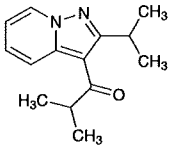
56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 密閉容器。

# 1 イブジラスト

## 1 イブジラスト

### 2 Ibudilast



3

4  $C_{14}H_{18}N_2O$  : 230.31

5 1-[2-(1-Methylethyl)pyrazolo[1,5-a]pyridin-3-yl]-

6 2-methylpropan-1-one

7 [50847-11-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、イブジラスト  
9 ( $C_{14}H_{18}N_2O$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)  
12 又は無水酢酸に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

### 13 確認試験

14 (1) 本品のメタノール溶液(1→250000)につき、紫外可視  
15 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
16 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
17 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
18 る。

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

23 融点(2.60) 54~58°C

### 24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
27 下)。

28 (2) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
29 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
30 確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加え  
31 て正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
32 液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
33 ィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
34 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイブジ  
35 ラスト以外のピーク面積は、標準溶液のイブジラストのピー  
36 ク面積より大きくない。また、試料溶液のイブジラスト以  
37 外のピークの合計面積は、標準溶液のイブジラストのピーク  
38 面積の3倍より大きくない。

### 39 試験条件

40 検出器：紫外吸光度計(測定波長：292nm)

41 カラム：内径2.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
42 の液体クロマトグラフィ用シリカゲルを充填する。

43 カラム温度：25°C付近の一定温度

44 移動相：ヘキサン/酢酸エチル混液(50：1)

45 流量：イブジラストの保持時間が約9分になるように調  
46 整する。

47 面積測定範囲：溶媒ピークの後からイブジラストの保持

48 時間の約4倍の範囲

49 システム適合性

50 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
51 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たイブ  
52 ジラストのピーク面積が、標準溶液のイブジラストの  
53 ピーク面積の40~60%になることを確認する。

54 システムの性能：試料溶液5mLを正確に量り、移動相  
55 を加えて50mLとする。この液2mLに移動相を加えて  
56 20mLとする。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
57 作するとき、イブジラストのピークの理論段数及びシン  
58 ンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、2.0以下で  
59 ある。

60 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
61 で試験を6回繰り返すとき、イブジラストのピーク面  
62 積の相対標準偏差は3.0%以下である。

63 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(1g, 減圧, 4時間)。

64 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

65 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、無水酢酸  
66 50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
67 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

68 0.1mol/L過塩素酸1mL=23.03mg  $C_{14}H_{18}N_2O$

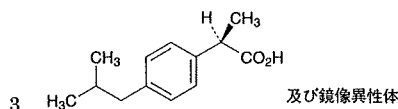
69 貯法 容器 気密容器。



1 イブプロフェン

1 イブプロフェン

2 Ibuprofen



4  $C_{13}H_{18}O_2$  : 206.28

5 (2*RS*)-2-[4-(2-Methylpropyl)phenyl]propanoic acid

6 [15687-27-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、イブプロフェン  
8 ( $C_{13}H_{18}O_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水には  
11 とんど溶けない。

12 本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

13 確認試験

14 (1) 本品15mgを希水酸化ナトリウム試液100mLに溶かし  
15 た液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
16 クトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル  
17 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
18 様の強度の吸収を認める。

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

23 融点(2.60) 75~77°C

24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品3.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(10ppm以  
27 下)。

28 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
29 製し、試験を行う(2ppm以下)。

30 (3) 類縁物質 本品0.50gをとり、アセトン5mLに溶かし、  
31 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加  
32 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
33 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
34 料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シ  
35 リカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットす  
36 る。次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)混液(15:5:1)  
37 を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
38 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
39 得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポット  
40 より濃くない。

41 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 酸化リ  
42 ン(V), 4時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール  
45 (95)50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
46 (2.50)する(指示薬:フェノールフタレイン試液3滴)。同様  
47 の方法で空試験を行い、補正する。

48 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=20.63mg  $C_{13}H_{18}O_2$

49 貯法 容器 密閉容器。

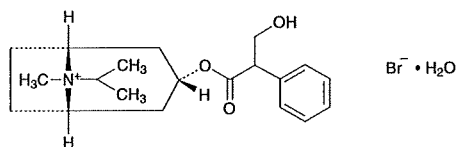
# 1 イプラトロピウム臭化物水和物

## 1 イプラトロピウム臭化物水和物

2 Ipratropium Bromide Hydrate

3 イプラトロピウム臭化物

4 臭化イプラトロピウム



6  $C_{20}H_{30}BrNO_3 \cdot H_2O$  : 430.38

7 (1*R*,3*r*,5*S*)-3-[(2*RS*)-3-Hydroxy-2-phenylpropanoate]-

8 8-methyl-8-(1-methylethyl)-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane

9 bromide monohydrate

10 [66985-17-9]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、イプラトロピウム臭  
12 化物( $C_{20}H_{30}BrNO_3$  : 412.36)99.0%以上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

14 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けやす  
15 く、アセトニトリル又は酢酸(100)に溶けにくく、ジエチル  
16 エーテルにほとんど溶けない。

17 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0~7.5である。

18 融点：約223°C(分解、ただし乾燥後)。

### 19 確認試験

20 (1) 本品5mgに発煙硝酸0.5mLを加え、水浴上で蒸発乾固  
21 する。冷後、残留物をアセトン5mLに溶かし、水酸化カリ  
22 ウム・エタノール試液2滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

23 (2) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(3→2000)につき、紫  
24 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
25 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
26 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
27 認める。

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

32 (4) 本品の水溶液(1→100)は臭化物の定性反応(1.09)を  
33 呈する。

### 34 純度試験

35 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
36 明である。

37 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
38 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下)。

39 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
40 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
41 下)。

42 (4) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第3法により検液を調  
43 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
44 タノール(95)溶液(1→10)を用いる(1ppm以下)。

45 (5) 臭化イソプロピルアトロピン 本品25mgをとり、移  
46 動相に溶かし、正確に100mLとし、試料溶液とする。試料  
47 溶液25μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー

48 (2.01)により試験を行う。イプラトロピウムのピーク面積  
49  $A_a$ 及びイプラトロピウムに対する相対保持時間約1.3のピー  
50 ク面積 $A_b$ を自動積分法により測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は  
51 0.01以下である。また、溶媒のピークの後から保持時間約  
52 14分以内に、イプラトロピウムのピーク及びイプラトロピ  
53 ウムに対する相対保持時間約1.3のピーク以外にピークを認  
54 めない。

### 55 操作条件

56 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

57 カラム：内径約4mm、長さ10~15cmのステンレス管に  
58 5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化  
59 シリカゲルを充てんする。

60 カラム温度：室温

61 移動相：薄めたリン酸(1→200)/アセトニトリル/メタ  
62 ンスルホン酸混液(1000 : 120 : 1)

63 流量：イプラトロピウムの保持時間が約7分になるよう  
64 に調整する。

65 カラムの選定：本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→100)を  
66 100°Cで1時間加熱する。冷後、この液2.5mLに移動  
67 相を加えて100mLとする。この液25μLにつき、上記  
68 の条件で操作するとき、イプラトロピウムのピークと  
69 イプラトロピウムに対する保持時間の比が約0.6のピー  
70 クの分離度が3以上のものを用いる。

71 検出感度：試料溶液25μLから得たイプラトロピウムの  
72 ピークが、フルスケールの50~80%になるように調  
73 整する。

74 (6) アポ化合物 本品0.14gをとり、0.01mol/L塩酸試液  
75 に溶かし、100mLとする。この液につき紫外可視吸光度測  
76 定法(2.24)により試験を行う。波長246nm及び263nmにお  
77 ける吸光度 $A_1$ 及び $A_2$ を測定するとき、 $A_1/A_2$ は0.91以下で  
78 ある。

79 乾燥減量(2.41) 3.9~4.4%(1g, 105°C, 4時間)。

80 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

81 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
82 (100)40mLに溶かし、1,4-ジオキサン40mL及び硝酸ビス  
83 マス試液2.5mLを加え0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
84 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

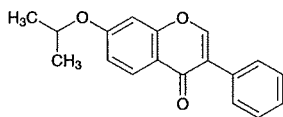
85 0.1mol/L過塩素酸1mL=41.24mg  $C_{20}H_{30}BrNO_3$

86 貯法 容器 気密容器。

# 1 イプリフラボン

## 1 イプリフラボン

### 2 Ipriflavone



4 C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub> : 280.32

5 7-(1-Methylethyl)oxy-3-phenyl-4H-chromen-4-one

6 [35212-22-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、イプリフラボン  
8 (C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>)98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、メタノール又は  
11 エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。  
12 本品は光により徐々に黄色となる。

### 13 確認試験

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

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

25 融点(2.60) 116~119°C

### 26 純度試験

27 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
29 下)。

30 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第4法により検液を調  
31 製し、試験を行う。ただし、検液の調製には塩酸3mLの代  
32 わりに希塩酸10mLを用い、標準色の調製にはヒ素標準液  
33 1.0mLを用いる(1ppm以下)。

34 (3) 類縁物質 本品30mgをアセトニトリル50mLに溶か  
35 す。この液5mLをとり、アセトニトリルを加えて50mLとし、  
36 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトニトリ  
37 ルを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
38 及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
39 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
40 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶  
41 液のイプリフラボン以外のピークの面積は、標準溶液のイプ  
42 リフラボンのピーク面積の1/2より大きくない。また、試  
43 料溶液のイプリフラボン以外のピークの合計面積は、標準溶  
44 液のイプリフラボンのピーク面積より大きくない。

### 試験条件

46 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量  
47 法の試験条件を準用する。

48 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイプリフラボンの

49 保持時間の約2倍の範囲

50 システム適合性

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

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

60 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
61 で試験を6回繰り返すとき、イプリフラボンのピーク  
62 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

63 (4) 残留溶媒 別に規定する。

64 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

65 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

66 定量法 本品及びイプリフラボン標準品を乾燥し、その約  
67 30mgずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリルに溶か  
68 し、正確に50mLとする。これらの液5mLずつを正確に量り、  
69 それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、アセトニト  
70 リルを加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試  
71 料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマト  
72 グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
73 面積に対するイプリフラボンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を  
74 求める。

75 イプリフラボン(C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

76  $M_S$  : イプリフラボン標準品の秤取量(mg)

77 内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトニトリル溶  
78 液(1→100)

### 試験条件

80 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

81 カラム：内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの  
82 液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲ  
83 ルを充てんする。

84 カラム温度：25°C付近の一定温度

85 移動相：アセトニトリル/水混液(3 : 2)

86 流量：イプリフラボンの保持時間が約6分になるように  
87 調整する。

### システム適合性

89 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
90 操作するとき、イプリフラボン、内標準物質の順に溶  
91 出し、その分離度は3以上である。

92 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
93 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
94 に対するイプリフラボンのピーク面積の比の相対標準  
95 偏差は1.0%以下である。

### 96 貯法

97 保存条件 遮光して保存する。

98 容器 気密容器

## 1 イプリフラボン錠

### 1 イプリフラボン錠

#### 2 Ipriflavone Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

4 イプリフラボン( $C_{18}H_{16}O_3$ : 280.32)を含む。

5 製法 本品は「イプリフラボン」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イプリフラボン」  
8 11mgに対応する量を取り、メタノール100mLを加え、10分  
9 間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液5mLにメタ  
10 ノールを加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測  
11 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長247  
12 ～251nm及び297～301nmに吸収の極大を示す。

13 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

14 溶出性 別に規定する。

15 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
16 とする。イプリフラボン( $C_{18}H_{16}O_3$ )約30mgに対応する量を  
17 精密に量り、アセトニトリル30mLを加え、15分間激しく振  
18 り混ぜた後、アセトニトリルを加えて正確に50mLとし、遠  
19 心分離する。上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを  
20 正確に加えた後、アセトニトリルを加えて50mLとし、試料  
21 溶液とする。別にイプリフラボン標準品を105℃で2時間乾  
22 燥し、その約30mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、  
23 正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液  
24 5mLを正確に加えた後、アセトニトリルを加えて50mLとし、  
25 標準溶液とする。以下「イプリフラボン」の定量法を準用す  
26 る。

27 イプリフラボン( $C_{18}H_{16}O_3$ )の量(mg) =  $M_s \times Q_r / Q_s$

28  $M_s$ : イプリフラボン標準品の秤取量(mg)

29 内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのアセトニトリル溶  
30 液(1→100)

31 貯法

32 保存条件 遮光して保存する。

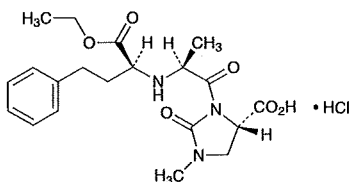
33 容器 気密容器。

1 イミダプリル塩酸塩

1 イミダプリル塩酸塩

2 Imidapril Hydrochloride

3 塩酸イミダプリル



4

5 C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub> · HCl : 441.91

6 (4S)-3-[(2S)-2-[(1S)-1-Ethoxycarbonyl-

7 3-phenylpropylamino]propanoyl]-1-methyl-

8 2-oxoimidazolidine-4-carboxylic acid

9 monohydrochloride

10 [89396-94-1]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、イミダプリル塩酸塩  
12 (C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub> · HCl)98.5~101.0%を含む。

13 性状 本品は白色の結晶である。

14 本品はメタノールに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エ  
15 タノール(99.5)にやや溶けにくい。

16 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは約2である。

17 融点：約203℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→50)3mLにライネック塩試液5滴を  
20 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
26 する。

27 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>：-65.0~-69.0°(乾燥後、0.1g、メ  
28 ノール、10mL、100mm)。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品25mgを移動相50mLに溶かし、試料  
34 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
35 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
36 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
37 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
38 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイミダプ  
39 リルのピークに対する相対保持時間約0.45のピーク面積は、  
40 標準溶液のイミダプリルのピーク面積の2/5より大きくな  
41 く、試料溶液のイミダプリル及び上記のピーク以外のピーク  
42 の面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の1/5よ  
43 り大きくない。また、試料溶液のイミダプリル以外のピーク  
44 の合計面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の1/  
45 2より大きくない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光度計(測定波長：215nm)

48 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
49 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
50 ゲルを充てんする。

51 カラム温度：40℃付近の一定温度

52 移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶  
53 かし、リン酸を加えてpH2.7に調整する。この液  
54 600mLにメタノール400mLを加える。

55 流量：イミダプリルの保持時間が約8分になるように調  
56 整する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダプリルの保  
58 持時間の約2倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
61 えて正確に20mLとする。この液20μLから得たイミ  
62 ダプリルのピーク面積が、標準溶液のイミダプリルの  
63 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

64 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、イミダプリルのピークの理論段数及び  
66 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
67 である。

68 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、イミダプリルのピーク面  
70 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

71 (3) 残留溶媒 別に規定する。

72 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、105℃、3時間)。

73 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

74 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、水70mLに  
75 溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で第一当量点から第  
76 二当量点まで滴定(2.50)する(電位差滴定法)。

77 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL

78 =44.19mg C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub> · HCl

79 貯法 容器 密閉容器。

## 1 イミダプリル塩酸塩錠

2 Imidapril Hydrochloride Tablets

3 塩酸イミダプリル錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 イミダプリル塩酸塩( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ : 441.91)を含む。

6 製法 本品は「イミダプリル塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イミダプリル塩酸  
9 塩」25mgに対応する量を取り、エタノール(99.5)5mLを加  
10 え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別  
11 に塩酸イミダプリル25mgをエタノール(99.5)5mLに溶かし、  
12 標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィ  
13 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lず  
14 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用  
15 いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/  
16 酢酸エチル/水/エタノール(99.5)/酢酸(100)混液(16:  
17 16:7:2:2)を展開溶媒として約13cm展開した後、薄層板  
18 を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、  
19 試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポット  
20 のR<sub>f</sub>値は等しい。

21 純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「イミダ  
22 プリル塩酸塩」25mgに対応する量を取り、薄めたメタノー  
23 ル(2→5)40mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、薄めた  
24 メタノール(2→5)を加えて50mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメ  
25 ンブランフィルターでろ過する。初めのろ液2mLを除き、  
26 次のろ液を試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、薄  
27 めたメタノール(2→5)を加えて正確に100mLとし、標準溶  
28 液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
29 次の条件で液体クロマトグラフィ(2.01)により試験を行  
30 う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測  
31 定するとき、試料溶液のイミダプリルのピークに対する相対  
32 保持時間約0.45のピーク面積は、標準溶液のイミダプリルの  
33 ピーク面積より小さくなく、相対保持時間約0.8のピーク面  
34 積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の7/10より大  
35 きくなく、試料溶液のイミダプリル及び上記のピーク以外の  
36 ピークの面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面積の3  
37 /10より大きくない。また、試料溶液のイミダプリル以外  
38 のピークの合計面積は、標準溶液のイミダプリルのピーク面  
39 積の1.5倍より大きくない。

## 40 試験条件

41 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
42 の試験条件を準用する。

43 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイミダプリルの保  
44 持時間の約2倍の範囲

## 45 システム適合性

46 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、薄めたメ  
47 ノール(2→5)を加えて正確に20mLとする。この液  
48 20 $\mu$ Lから得たイミダプリルのピーク面積が、標準溶  
49 液のイミダプリルのピーク面積の7~13%になること  
50 を確認する。

51 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
52 操作するとき、イミダプリルのピークの理論段数及び

53 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
54 である。

55 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
56 で試験を6回繰り返すとき、イミダプリルのピーク面  
57 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

60 本品1個をとり、水2V/5mLを加えて10分間激しく振り  
61 混ぜた後、1mL中にイミダプリル塩酸塩( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ )  
62 約0.1mgを含む液となるように薄めたメタノール(2→3)を加  
63 えて正確にV mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィ  
64 ルターでろ過する。初めのろ液2mLを除き、次のろ液を試  
65 料溶液とする。別に定量用塩酸イミダプリルを105°Cで3時  
66 間乾燥し、その約10mgを精密に量り、薄めたメタノール(2  
67 →5)に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
68 溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体  
69 クロマトグラフィ(2.01)により試験を行い、それぞれの  
70 液のイミダプリルのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

71 イミダプリル塩酸塩( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$72 = M_S \times A_T / A_S \times V / 100$$

73 M<sub>S</sub>：定量用塩酸イミダプリルの秤取量(mg)

## 74 試験条件

75 定量法の試験条件を準用する。

## 76 システム適合性

77 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
78 操作するとき、イミダプリルのピークの理論段数及び  
79 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
80 である。

81 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
82 で試験を6回繰り返すとき、イミダプリルのピーク面  
83 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

84 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
85 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
86 85%以上である。

87 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
88 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
89 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
90 正確に量り、表示量に従い1mL中にイミダプリル塩酸塩  
91 ( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ )約2.8 $\mu$ gを含む液となるように水を加  
92 えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸イ  
93 ミダプリルを105°Cで3時間乾燥し、その約28mgを精密に量  
94 り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確  
95 に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。  
96 試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
97 液体クロマトグラフィ(2.01)により試験を行い、それぞ  
98 れの液のイミダプリルのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

99 イミダプリル塩酸塩( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶  
100 出率(%)

$$101 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

102 M<sub>S</sub>：定量用塩酸イミダプリルの秤取量(mg)

103 C：1錠中のイミダプリル塩酸塩( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ )の表

## 2 イミダプリル塩酸塩錠

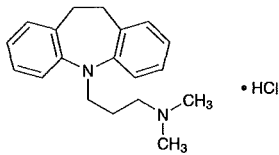
- 104 示量(mg)
- 105 試験条件
- 106 定量法の試験条件を準用する。
- 107 システム適合性
- 108 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 109 操作するとき、イミダプリルのピークの理論段数及び
- 110 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下
- 111 である。
- 112 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 113 で試験を6回繰り返すとき、イミダプリルのピーク面
- 114 積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 115 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
- 116 とする。イミダプリル塩酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>・HCl)約20mgに
- 117 対応する量を精密に量り、薄めたメタノール(2→5)30mLを
- 118 加え、更に内標準溶液5mLを正確に加えて10分間激しく振
- 119 り混ぜた後、薄めたメタノール(2→5)を加えて50mLとし、
- 120 孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初め
- 121 のろ液2mLを除き、次のろ液5mLを量り、薄めたメタノー
- 122 ル(2→5)を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に定量用
- 123 塩酸イミダプリルを105℃で3時間乾燥し、その約20mgを精
- 124 密に量り、内標準溶液5mLを正確に加えて溶かした後、薄
- 125 めたメタノール(2→5)を加えて50mLとする。この液5mLを
- 126 量り、薄めたメタノール(2→5)を加えて20mLとし、標準溶
- 127 液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で
- 128 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準
- 129 物質のピーク面積に対するイミダプリルのピーク面積の比
- 130  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。
- 131 イミダプリル塩酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>・HCl)の量(mg)
- 132  $=M_S \times Q_T / Q_S$
- 133  $M_S$ ：定量用塩酸イミダプリルの秤取量(mg)
- 134 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノー
- 135 ル(2→5)溶液(1→500)
- 136 試験条件
- 137 検出器：紫外吸光度計(測定波長：215nm)
- 138 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m
- 139 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ
- 140 ゲルを充てんする。
- 141 カラム温度：40℃付近の一定温度
- 142 移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶
- 143 かし、リン酸を加えてpH2.7に調整する。この液
- 144 600mLにメタノール400mLを加える。
- 145 流量：イミダプリルの保持時間が約8分になるように調
- 146 整する。
- 147 システム適合性
- 148 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 149 操作するとき、イミダプリル、内標準物質の順に溶出
- 150 し、その分離度は4以上である。
- 151 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 152 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 153 に対するイミダプリルのピーク面積の比の相対標準偏
- 154 差は1.0%以下である。
- 155 貯法 容器 気密容器。

# 1 イミプラミン塩酸塩

## 1 イミプラミン塩酸塩

2 Imipramine Hydrochloride

3 塩酸イミプラミン



5  $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$  : 316.87

6 3-(10,11-Dihydro-5H-dibenzo[b,f]azepin-5-yl)-

7 N,N-dimethylpropylamine monohydrochloride

8 [113-52-0]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、イミプラミン塩酸塩  
10 ( $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエー  
13 テルにほとんど溶けない。

14 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である。

15 本品は光によって徐々に着色する。

### 16 確認試験

17 (1) 本品5mgを硝酸2mLに溶かすとき、液は濃青色を呈  
18 する。

19 (2) 本品5mgを0.01mol/L塩酸試液250mLに溶かした液に  
20 つき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル  
21 を測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイ  
22 ミプラミン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたス  
23 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のと  
24 ころに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品0.05gを水5mLに溶かし、アンモニア試液1mLを  
26 加えて5分間放置した後、ろ過する。ろ液に希硝酸を加えて  
27 酸性とした液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

28 融点(2.60) 170～174℃(分解)。

### 29 純度試験

30 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
31 その色は次の比較液より濃くない。

32 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液1.0mL、塩化鉄  
33 (III)の色と比較原液2.4mL、硫酸銅(II)の色と比較原液  
34 0.4mL及び薄めた塩酸(1→40)6.2mLをそれぞれ正確に  
35 量り、混和する。この液0.5mLを正確に量り、水9.5mL  
36 を正確に加え、混和する。

37 (2) イミノジベンジル 本品50mgを25mLの褐色のメス  
38 フラスコにとり、塩酸/エタノール(95)混液(1:1)10mLを  
39 加えて溶かし、氷水中で冷却しながら、フルフラールのエタ  
40 ノール(95)溶液(1→250)5mL及び塩酸5mLを加え、25℃で3  
41 時間放置する。次に塩酸/エタノール(95)混液(1:1)を加え  
42 て25mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
43 り試験を行うとき、波長565nmにおける吸光度は0.16以下  
44 である。

45 (3) 類縁物質 本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
46 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
47 を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、エ

48 タノール(95)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。  
49 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
50 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマト  
51 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
52 する。次に酢酸エチル/酢酸(100)/塩酸/水混液(11:7:  
53 1:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾す  
54 る。これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧する  
55 とき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準  
56 溶液から得たスポットより濃くない。

57 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 2時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、水20mLに  
60 溶かし、水酸化ナトリウム試液5mLを加え、クロロホルム  
61 20mLずつで3回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂  
62 綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロ  
63 ロホルム抽出液を合わせ、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)  
64 する(指示薬：メタニルイエロー試液10滴)。ただし、滴定の  
65 終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする。同様の方法で  
66 空試験を行い、補正する。

67 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.69mg  $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$

### 68 貯法

69 保存条件 遮光して保存する。

70 容器 気密容器。



1 イミプラミン塩酸塩錠

1 イミプラミン塩酸塩錠

2 Imipramine Hydrochloride Tablets

3 塩酸イミプラミン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 イミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl: 316.87)を含む。

6 製法 本品は「イミプラミン塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験

9 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「イミプラミン塩酸  
10 塩」0.25gに対応する量を取り、クロロホルム25mLを加え、  
11 よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固する。  
12 残留物につき、「イミプラミン塩酸塩」の確認試験(1)を準  
13 用する。

14 (2) (1)の残留物から「イミプラミン塩酸塩」5mgに対応  
15 する量を取り、これを0.01mol/L塩酸試液250mLに溶かした  
16 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
17 トルを測定するとき、波長249~253nmに吸収の極大を示し、  
18 270~280nmに吸収の肩を示す。

19 (3) (1)の残留物を105℃で2時間乾燥するとき、その融点  
20 (2.60)は170~174℃(分解)である。

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

23 本品1個をとり、0.01mol/L塩酸試液40mLを正確に加え、  
24 超音波により粒子を小さく分散させた後、よく振り混ぜる。  
25 この液を遠心分離し、上澄液V mLを正確に量り、1mL中に  
26 イミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)約20μgを含む液となる  
27 ように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別  
28 にイミプラミン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し、その  
29 約25mgを精密に量り、0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に  
30 100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確  
31 に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
32 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
33 251nmにおける吸光度A<sub>T1</sub>及びA<sub>S1</sub>並びに波長330nmにおけ  
34 る吸光度A<sub>T2</sub>及びA<sub>S2</sub>を測定する。

35 イミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の量(mg)

$$36 = M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 4 / 125$$

37 M<sub>S</sub>: イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

38 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
39 ル法により毎分75回転で試験を行うとき、本品の60分間の  
40 溶出率は75%以上である。

41 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
42 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
43 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
44 確に量り、表示量に従い1mL中にイミプラミン塩酸塩  
45 (C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)約10μgを含む液となるように試験液を加え  
46 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にイミプラミン  
47 塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し、その約25mgを精密に  
48 量り、試験液に溶かし、正確に100mLとする。この液4mL  
49 を正確に量り、試験液を加えて正確に100mLとし、標準溶  
50 液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測  
51 定法(2.24)により試験を行い、波長250nmにおける吸光度

52 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

53 イミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の表示量に対する溶出  
54 率(%)

$$55 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

56 M<sub>S</sub>: イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

57 C: 1錠中のイミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の表示量  
58 (mg)

59 定量法 本品20個をとり、0.01mol/L塩酸試液200mLを正確に  
60 加え、錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる。この液を  
61 遠心分離した後、イミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)約  
62 25mgに対応する容量の上澄液を正確に量り、0.01mol/L塩  
63 酸試液を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別に  
64 イミプラミン塩酸塩標準品を105℃で2時間乾燥し、その約  
65 25mgを精密に量り、0.01mol/L塩酸試液に溶かし、正確に  
66 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3mL  
67 ずつを正確に量り、それぞれをpH5.6のフタル酸水素カリウ  
68 ム緩衝液15mL、ブロムクレゾールグリーン・水酸化ナトリウ  
69 ム試液8mL及びクロロホルム30mLを入れた分液漏斗に加え  
70 て振り混ぜる。クロロホルム層は少量の脱脂綿を置いた漏斗  
71 を用いてろ過し、100mLのメスフラスコに入れる。更にク  
72 ロロホルム30mLずつで2回同様の操作を繰り返し、クロロ  
73 ホルム層を先のメスフラスコに合わせ、クロロホルムを加え  
74 て100mLとする。これらの液につき、0.01mol/L塩酸試液  
75 3mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視  
76 吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準  
77 溶液から得たそれぞれの液の波長416nmにおける吸光度A<sub>T</sub>  
78 及びA<sub>S</sub>を測定する。

79 イミプラミン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>・HCl)の量(mg)

$$80 = M_S \times A_T / A_S$$

81 M<sub>S</sub>: イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

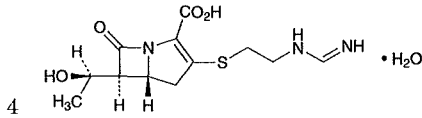
82 貯法 容器 気密容器。

1 イミペネム水和物

1 イミペネム水和物

2 Imipenem Hydrate

3 イミペネム



5 C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S · H<sub>2</sub>O : 317.36

6 (5*R*,6*S*)-3-[2-(Formimidoylamino)ethylsulfanyl]-6-[(1*R*)-

7 1-hydroxyethyl]-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-

8 carboxylic acid monohydrate

9 [74431-23-5]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり980～  
11 1010μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、イミペネム  
12 (C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S : 299.35)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

14 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど  
15 溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品のpH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパ  
18 ンスルホン酸緩衝液溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光  
19 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のス  
20 pektルと本品の参照スペクトル又はイミペネム標準品につ  
21 いて同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両  
22 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
23 める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
25 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
26 品の参照スペクトル又はイミペネム標準品のスペクトルを比  
27 較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の  
28 強度の吸収を認める。

29 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +89～+94°(脱水物に換算したもの  
30 50mg, pH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスル  
31 ホン酸緩衝液, 10mL, 100mm)。

32 pH(2.54) 本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.5～  
33 7.0である。

34 純度試験

35 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
37 下)。

38 (2) ヒ素(1.11) 本品2.0gをるつぼにとり、硝酸5mL及  
39 び硫酸1mLを加え、白煙が発生するまで、注意して加熱す  
40 る。冷後、硝酸2mLずつを2回加えて加熱し、更に過酸化水  
41 素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加  
42 熱する。冷後、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水  
43 を加えて5mLとする。これを検液とし、試験を行う(1ppm  
44 以下)。

45 (3) 類縁物質 本品50mgをpH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モ  
46 ルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液50mLに溶かし、試料  
47 溶液とする。この液1mLを正確に量り、pH7.0の0.1mol/L 3  
48 -(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確

49 に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
50 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
51 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
52 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイミペネ  
53 ムに対する相対保持時間約0.8のチエナマイシンのピーク面  
54 積は、標準溶液のイミペネムのピーク面積の1.4倍より大き  
55 くなく、試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外の  
56 各々のピーク面積は、標準溶液のイミペネムのピーク面積  
57 の1/3より大きくない。また、試料溶液のイミペネム及び  
58 チエナマイシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のピー  
59 ク面積より大きくない。

60 試験条件

61 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
62 の試験条件を準用する。

63 面積測定範囲: イミペネムの保持時間の約2倍の範囲

64 システム適合性

65 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

66 検出の確認: 標準溶液5mLを正確に量り、pH7.0の  
67 0.1mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩  
68 衝液を加えて正確に50mLとする。この液10μLから  
69 得たイミペネムのピーク面積が、標準溶液のイミペネ  
70 ムのピーク面積の7～13%になることを確認する。

71 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
72 で試験を6回繰り返すとき、イミペネムのピーク面積  
73 の相対標準偏差は2.0%以下である。

74 水分(2.48) 5.0～8.0%(20mg, 電量滴定法, 水分気化温度  
75 140°C)。

76 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

77 定量法 本操作は試料溶液及び標準溶液調製後、30分以内に  
78 行う。本品及びイミペネム標準品約50mg(力価)に対応する  
79 量を精密に量り、それぞれをpH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モル  
80 ホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし、正確に50mL  
81 とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
82 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
83 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のイミペネムの  
84 ピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

85 イミペネム(C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の量[μg(力価)]

$$86 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

87 M<sub>S</sub>: イミペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

88 試験条件

89 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 280nm)

90 カラム: 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
91 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
92 ル化シリカゲルを充てんする。

93 カラム温度: 25°C付近の一定温度

94 移動相: pH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパ  
95 ンスルホン酸緩衝液/アセトニトリル混液(100:1)  
96 流量: イミペネムの保持時間が約6分になるように調整  
97 する。

98 システム適合性

99 システムの性能: 本品50mg及びレソルシノール75mg  
100 をpH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンス

## 2 イミペネム水和物

- 101           ルホン酸緩衝液50mLに溶かす。この液10 $\mu$ Lにつき、  
102           上記の条件で操作するとき、イミペネム、レソルシノ  
103           ールの順に溶出し、その分離度は4以上である。  
104           システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
105           で試験を5回繰り返すとき、イミペネムのピーク面積  
106           の相対標準偏差は0.80%以下である。  
107 貯法 容器 密封容器。

## 1 注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム

## 3 Imipenem and Cilastatin Sodium for Injection

4 本品は用時溶解又は懸濁して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～115.0%に  
6 対応するイミペネム(C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S : 299.35)及びシラスタチン  
7 (C<sub>16</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S : 358.45)として表示量の93.0～115.0%に  
8 対応するシラスタチンナトリウム(C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>5</sub>S : 380.43)  
9 を含む。

10 製法 本品は「イミペネム水和物」及び「シラスタチンナトリ  
11 ウム」をとり、注射剤の製法により製する。

12 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

## 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→100)1mLにニンヒドリン試液  
15 1mLを加え、水浴中で5分間加熱するとき、液は紫色を呈す  
16 する(シラスタチン)。

17 (2) 本品の水溶液(1→1000)2mLにpH7.0の0.1mol/L 3-  
18 (N-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて50mL  
19 とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
20 スペクトルを測定するとき、波長296～300nmに吸収の極大  
21 を示す(イミペネム)。

22 pH(2.54) 本品の表示量に従い「イミペネム水和物」  
23 0.5g(力価)に対応する量を生理食塩液100mLに溶かした液の  
24 pHは6.5～8.0である。ただし、筋肉内に投与する注射剤の  
25 pHは6.0～7.5である。

26 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「イミペネム水和物」  
27 0.5g(力価)に対応する量を生理食塩液100mLに溶かすとき、  
28 液は無色～微黄色澄明である。

29 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1g, 減圧下, 60℃, 3時間)。

30 エンドトキシン(4.01) 0.25EU/mg(力価)未満。

31 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと  
32 き、適合する。ただし、含量規格の中央値を*T*とする。

33 本品1個をとり、その内容物の全量を生理食塩液に溶かし、  
34 100mLとする。「イミペネム水和物」約25mg(力価)に対応  
35 する容量*V* mLを正確に量り、pH7.0の0.1mol/L 3-(N-モ  
36 ルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に50mL  
37 とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

38 イミペネム(C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の量[mg(力価)]

$$39 = M_S \times A_{T1} / A_{S1} \times 100 / V$$

40 *M<sub>S</sub>* : イミペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

41 シラスタチン(C<sub>16</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)

$$42 = M_S \times A_{Tc} / A_{Sc} \times 100 / V \times 0.955$$

43 *M<sub>S</sub>* : 脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラス  
44 タチンアンモニウムの秤取量(mg)

45 不溶性異物(6.06) 用時溶解して用いる注射剤は、第2法によ  
46 り試験を行うとき、適合する。

47 不溶性微粒子(6.07) 用時溶解して用いる注射剤は、第1法に  
48 より試験を行うとき、適合する。

49 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
50 適合する。

51 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。1  
52 個に対応する量を精密に量り、生理食塩液に溶かし、正確に  
53 100mLとする。この液のイミペネム約25mg(力価)に対応す  
54 る量を正確に量り、pH7.0の0.1mol/L 3-(N-モルホリノ)  
55 プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に50mLとし、試料  
56 溶液とする。別にイミペネム標準品約25mg(力価)に対応す  
57 る量及び定量用シラスタチンアンモニウム約25mgを精密に  
58 量り、生理食塩液10mLを加えて溶かし、pH7.0の0.1mol/L  
59 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正  
60 確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
61 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフイ  
62 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のイミペネムの  
63 ピーク面積*A<sub>T1</sub>*及び*A<sub>S1</sub>*、並びにシラスタチンのピーク面積  
64 *A<sub>Tc</sub>*及び*A<sub>Sc</sub>*を測定する。

65 イミペネム(C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の量[mg(力価)] = *M<sub>S</sub>* × *A<sub>T1</sub>* / *A<sub>S1</sub>*

66 *M<sub>S</sub>* : イミペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

67 シラスタチン(C<sub>16</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)

$$68 = M_S \times A_{Tc} / A_{Sc} \times 0.955$$

69 *M<sub>S</sub>* : 脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラス  
70 タチンアンモニウムの秤取量(mg)

## 試験条件

71 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 250nm)

72 カラム : 内径4.6mm, 長さ20cmのステンレス管に  
73 10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化  
74 シリカゲルを充てんする。

75 カラム温度 : 50℃付近の一定温度

76 移動相 : 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸  
77 0.836g, 1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム1.0g及び  
78 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物  
79 50mgを水800mLに溶かし、希水酸化ナトリウム試液  
80 を加えてpH7.0に調整した後、水を加えて1000mLと  
81 する。

82 流量 : イミペネムの保持時間が約3分になるように調整  
83 する。

## システム適合性

84 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
85 操作するとき、イミペネム、シラスタチンの順に溶出  
86 し、その分離度は2.0以上であり、イミペネム及びシ  
87 ラスタチンのピークのシンメトリー係数は2.0以下で  
88 ある。

89 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
90 で試験を6回繰り返すとき、イミペネム及びシラス  
91 タチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

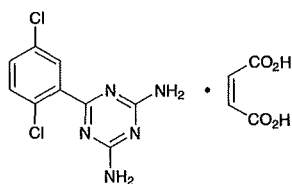
92 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容  
93 器を使用することができる。

# 1 イルソグラジンマレイン酸塩

## 1 イルソグラジンマレイン酸塩

2 Irsogladine Maleate

3 マレイン酸イルソグラジン



4

5  $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$  : 372.16

6 6-(2,5-Dichlorophenyl)-1,3,5-triazine-2,4-diamine

7 monomaleate

8 [84504-69-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、イルソグラジンマレ  
10 イン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味はやや苦い。

12 本品は酢酸(100)又はエチレングリコールにやや溶けにく  
13 く、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく、水にほ  
14 とんど溶けない。

### 15 確認試験

16 (1) 本品20mgをメタノールに溶かし、20mLとする。こ  
17 の液2mLを量り、水を加えて20mLとする。更にこの液2mL  
18 を量り、水を加えて50mLとする。この液につき、紫外可視  
19 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
21 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
22 る。

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

27 (3) 本品10mgを希塩酸1mL及び水4mLに溶かし、過マン  
28 ガン酸カリウム試液3滴を加えるとき、試液の色は直ちに消  
29 える。

### 30 純度試験

31 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
33 下)。

34 (2) 類縁物質 本品50mgをエチレングリコール10mLに  
35 溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エチ  
36 レングリコールを加えて正確に100mLとし、標準溶液とす  
37 る。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件  
38 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それ  
39 ぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する  
40 とき、試料溶液のマレイン酸及びイルソグラジン以外のピーク  
41 の面積は、標準溶液のイルソグラジンのピーク面積の1/10  
42 より大きくない。

### 43 試験条件

44 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

45 カラム：内径4.6mm、長さ7.5cmのステンレス管に3 $\mu$ m  
46 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

47 リカゲルを充てんする。

48 カラム温度：40℃付近の一定温度

49 移動相：メタンスルホン酸溶液(1→1000)/メタノール  
50 混液(4：1)

51 流量：イルソグラジンの保持時間が約8分になるように  
52 調整する。

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からイルソグラジンの  
54 保持時間の約3倍の範囲

### 55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、エチレング  
57 リコールを加えて正確に10mLとする。この液5 $\mu$ Lか  
58 ら得たイルソグラジンのピーク面積が、標準溶液のイ  
59 ルソグラジンのピーク面積の7~13%になることを確  
60 認する。

61 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
62 作するとき、イルソグラジンのピークの理論段数及び  
63 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下  
64 である。

65 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
66 試験を6回繰り返すとき、イルソグラジンのピーク面  
67 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

68 (3) 残留溶媒 別に規定する。

69 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

70 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

71 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
72 (100)25mLに溶かし、無水酢酸25mLを加えた後、  
73 0.05mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様  
74 の方法で空試験を行い、補正する。

75 0.05mol/L 過塩素酸1mL=18.61mg  $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$

76 貯法 容器 密閉容器。

## 1 イルソグラジンマレイン酸塩細粒

2 Irsogladine Maleate Fine Granules

3 マレイン酸イルソグラジン細粒

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 イルソグラジンマレイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>: 372.16)  
6 を含む。

7 製法 本品は「イルソグラジンマレイン酸塩」をとり、顆粒剤  
8 の製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イルソグラジンマ  
10 レイン酸塩」2mgに対応する量を取り、メタノール5mLを  
11 加えて10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶  
12 液とする。別にマレイン酸イルソグラジン2mgをメタノール  
13 5mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
14 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
15 び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
16 ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次  
17 に石油エーテル/アセトン/酢酸(100)混液(12:4:1)を展  
18 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
19 に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液及び標準  
20 溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

21 製剤均一性(6.02) 分包したものは、次の方法により含量均  
22 一性試験を行うとき、適合する。

23 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、水2mLを加え  
24 た後、イルソグラジンマレイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・  
25 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)1mg当たりメタノール2mLを加え、時々振り混ぜな  
26 がら10分間超音波処理した後、1mL中にイルソグラジンマ  
27 レイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約40μgを含む液となるよ  
28 うに水を加えて正確にV mLとする。この液を遠心分離し、  
29 上澄液1mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとする。  
30 この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し、  
31 初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に  
32 定量用マレイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し、  
33 その約20mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
34 20mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に  
35 20mLとする。更にこの液2mLを正確に量り、水を加えて正  
36 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
37 につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
38 り試験を行い、波長210nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定  
39 する。

40 イルソグラジンマレイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)  
41  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

42 M<sub>S</sub>: 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

43 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
44 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
45 70%以上である。

46 本品の表示量に従いイルソグラジンマレイン酸塩  
47 (C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約4mgに対応する量を精密に量り、試  
48 験を開始し、規定された時間に溶出液20mL以上をとり、孔  
49 径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ  
50 液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マ  
51 レイン酸イルソグラジンを105℃で4時間乾燥し、その約

52 40mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLと  
53 する。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLと  
54 する。更にこの液2mLを正確に量り、水を加えて正確に  
55 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
56 き、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試  
57 験を行い、波長210nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

58 イルソグラジンマレイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量  
59 に対する溶出率(%)

$$60 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9$$

61 M<sub>S</sub>: 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

62 M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

63 C: 1g中のイルソグラジンマレイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・  
64 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

65 粒度(6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。

66 定量法 本品を粉末とし、イルソグラジンマレイン酸塩  
67 (C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約5mgに対応する量を精密に量り、内  
68 標準溶液5mLを正確に加え、分散するまで振り混ぜた後、  
69 水5mLを加える。更にエチレングリコール25mLを加え、  
70 時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後、エチレング  
71 リコールを加えて50mLとする。この液を孔径0.5μm以下の  
72 メンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、  
73 次のろ液を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグ  
74 ラジンを105℃で4時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、  
75 エチレングリコールに溶かし、正確に25mLとする。この液  
76 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、水5mL  
77 及びエチレングリコールを加えて50mLとし、標準溶液とす  
78 る。試料溶液及び標準溶液5μLにつき、次の条件で液体クロ  
79 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
80 ク面積に対するイルソグラジンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及び  
81 Q<sub>S</sub>を求める。

82 イルソグラジンマレイン酸塩(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)  
83  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

84 M<sub>S</sub>: 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

85 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液  
86 (1→2500)

87 試験条件

88 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 250nm)

89 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
90 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
91 リカゲルを充てんする。

92 カラム温度: 25℃付近の一定温度

93 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(750:  
94 250:3)

95 流量: イルソグラジンの保持時間が約9分になるように  
96 調整する。

97 システム適合性

98 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
99 作するとき、イルソグラジン、内標準物質の順に溶出  
100 し、その分離度は10以上である。

101 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
102 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に

## 2 イルソグラジンマレイン酸塩細粒

- 103 対するイルソグラジンのピーク面積の比の相対標準偏  
104 差は1.0%以下である。  
105 貯法 容器 気密容器。

## 1 イルソグラジンマレイン酸塩錠

2 Irsogladine Maleate Tablets

3 マレイン酸イルソグラジン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 イルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ; 372.16)  
6 を含む。

7 製法 本品は「イルソグラジンマレイン酸塩」をとり、錠剤の  
8 製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イルソグラジンマ  
10 レイン酸塩」2mgに対応する量を取り、メタノール5mLを  
11 加えて10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶  
12 液とする。別にマレイン酸イルソグラジン2mgをメタノール  
13 5mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
14 クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及  
15 び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
16 ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次  
17 に石油エーテル/アセトン/酢酸(100)混液(12:4:1)を展  
18 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
19 に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液及び標準  
20 溶液から得たスポットの $R_f$ 値は等しい。

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

23 本品1個をとり、水2mLを加えた後、イルソグラジンマレ  
24 イン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )1mg当たりメタノール2mLを  
25 加え、時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後、1mL  
26 中にイルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )約  
27 40 $\mu$ gを含む液となるように水を加え、正確に $V$  mLとする。  
28 この液を遠心分離し、上澄液1mLを正確に量り、水を加え  
29 て正確に20mLとする。この液を孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブ  
30 ランフィルターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
31 を試料溶液とする。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを  
32 105°Cで4時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、メタノ  
33 ールに溶かし、正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、  
34 水を加えて正確に20mLとする。更にこの液2mLを正確に量  
35 り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
36 溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測  
37 定法 (2.24) により試験を行い、波長210nmにおける吸光度  
38  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

39 イルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の量(mg)  
40  $=M_S \times A_T/A_S \times V/500$

41  $M_S$ : 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

42 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
43 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
44 80%以上である。

45 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
46 20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブリンフィルター  
47 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V$  mLを正  
48 確に量り、表示量に従い1mL中にイルソグラジンマレイン  
49 酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )約2.2 $\mu$ gを含む液となるように水  
50 を加えて正確に $V'$  mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
51 マレイン酸イルソグラジンを105°Cで4時間乾燥し、その約

52 20mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLと  
53 する。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLと  
54 する。更にこの液2mLを正確に量り、水を加えて正確に  
55 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
56 き、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試  
57 験を行い、波長210nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

58 イルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量  
59 に対する溶出率(%)

$$60 = M_S \times A_T/A_S \times V'/V \times 1/C \times 9$$

61  $M_S$ : 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

62  $C$ : 1錠中のイルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot$   
63  $C_4H_4O_4$ )の表示量(mg)

64 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
65 とする。イルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )  
66 約5mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液5mLを正確  
67 に加え、分散するまで振り混ぜた後、水5mLを加える。更  
68 にエチレングリコール25mLを加え、時々振り混ぜながら10  
69 分間超音波処理した後、エチレングリコールを加えて50mL  
70 とする。この液を孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブリンフィルターで  
71 ろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とす  
72 る。別に定量用マレイン酸イルソグラジンを105°Cで4時間  
73 乾燥し、その約25mgを精密に量り、エチレングリコールに  
74 溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確に量り、内  
75 標準溶液5mLを正確に加え、水5mL及びエチレングリコー  
76 ルを加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
77 溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
78 (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
79 るイルソグラジンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

80 イルソグラジンマレイン酸塩( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の量(mg)  
81  $=M_S \times Q_T/Q_S \times 1/5$

82  $M_S$ : 定量用マレイン酸イルソグラジンの秤取量(mg)

83 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液  
84 (1→2500)

85 試験条件

86 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 250nm)

87 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
88 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
89 リカゲルを充てんする。

90 カラム温度: 25°C付近の一定温度

91 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(750:  
92 250:3)

93 流量: イルソグラジンの保持時間が約9分になるように  
94 調整する。

95 システム適合性

96 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
97 作するとき、イルソグラジン、内標準物質の順に溶出  
98 し、その分離度は10以上である。

99 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
100 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
101 対するイルソグラジンのピーク面積の比の相対標準偏  
102 差は1.0%以下である。



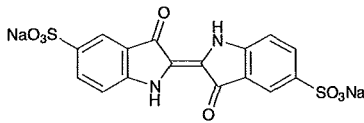
2 イルソグラジンマレイン酸塩錠

103 貯法 容器 気密容器.

# 1 インジゴカルミン

## 1 インジゴカルミン

### 2 Indigocarmine



3

4  $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$  : 466.35

5 Disodium 3,3'-dioxo- $[\Delta^{2,2'}\text{-biindoline}]\text{-5,5'-disulfonate}$

6 [860-22-0]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、インジゴカルミン  
8 ( $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ )95.0%以上を含む。

9 性状 本品は青色～暗青色の粉末又は粒で、においはない。

10 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)又はジエチル  
11 エーテルにほとんど溶けない。

12 本品は吸湿性である。

13 本品は圧縮するとき、銅に似た色沢を呈する。

### 14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→100)は暗青色を呈する。この液を試  
16 料溶液とし、次の試験を行うとき、それぞれの液の暗青色は  
17 消える。

18 (i) 試料溶液2mLに硝酸1mLを加える。

19 (ii) 試料溶液2mLに臭素試液1mLを加える。

20 (iii) 試料溶液2mLに塩素試液1mLを加える。

21 (iv) 試料溶液2mLに水酸化ナトリウム試液2mL及び亜鉛粉  
22 末0.2gを加えて加温する。

23 (2) 本品0.1gを酢酸アンモニウム溶液(1→650)100mLに  
24 溶かす。この液1mLに酢酸アンモニウム溶液(1→650)を加  
25 えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
26 により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の  
27 参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波  
28 長のところで同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品1gを強熱して炭化し、冷後、残留物に水20mLを  
30 加えて振り混ぜ、ろ過した液は、ナトリウム塩及び硫酸塩の  
31 定性反応(1.09)を呈する。

32 pH(2.54) 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～  
33 6.0である。

### 34 純度試験

35 (1) 水不溶物 本品1.00gに水200mLを加えて振り混ぜ、  
36 質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、残留物を洗液  
37 が青色を呈しなくなるまで水で洗い、105°Cで4時間乾燥す  
38 るとき、その量は5.0mg以下である。

39 (2) ヒ素(1.11) 本品0.8gをケルダールフラスコに入れ、  
40 硫酸5mL及び硝酸5mLを加え、静かに加熱する。更に時々  
41 硝酸2～3mLずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加  
42 熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを  
43 加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して2～3mLとする。  
44 冷後、水を加えて10mLとし、この液5mLを検液とし、試験  
45 を行う(5ppm以下)。

46 乾燥減量(2.41) 10.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

47 強熱残分(2.44) 28～38%(乾燥後, 1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酒石酸水素

49 ナトリウム水化物15g及び水200mLを加えて溶かし、二酸  
50 化炭素を通じながら煮沸し、熱時0.1mol/L塩化チタン(III)液  
51 で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の青色が黄色  
52 ～だいたい色に変わるときとする。

53 0.1mol/L塩化チタン(III)液1mL=23.32mg  $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

### 54 貯法

55 保存条件 遮光して保存する。

56 容器 気密容器。

## 1 インジゴカルミン注射液

### 1 インジゴカルミン注射液

#### 2 Indigocarmine Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

5 インジゴカルミン( $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ ; 466.35)を含む。

6 製法 本品は「インジゴカルミン」をとり、注射剤の製法によ

7 り製する。

8 性状 本品は暗青色の液である。

9 pH: 3.0～5.0

#### 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02gに対  
12 応する容量をとり、硝酸1mLを加えるとき、液の暗青色は  
13 消え、黄褐色となる。

14 (2) 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02gに対  
15 応する容量をとり、臭素試液1mLを加えるとき、液の暗青  
16 色は消え、黄褐色となる。

17 (3) 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02gに対  
18 応する容量をとり、塩素試液1mLを加えるとき、液の暗青  
19 色は消え、黄褐色となる。

20 (4) 本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.01gに対  
21 応する容量をとり、酢酸アンモニウム溶液(1→650)を加えて  
22 1000mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
23 より吸収スペクトルを測定するとき、波長610～614nmに吸  
24 収の極大を示す。

25 エンドトキシン(4.01) 7.5EU/mg未満。

26 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

27 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

28 不溶性微粒子(6.07) 第2法により試験を行うとき、適合する。

29 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
30 適合する。

31 定量法 本品のインジゴカルミン( $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ )約0.2gに  
32 対応する容量を正確に量り、酒石酸水素ナトリウム一水和物  
33 6g及び水を加えて溶かし200mLとし、二酸化炭素を通じな  
34 がら煮沸し、以下「インジゴカルミン」の定量法を準用する。

35  $0.1\text{mol/L}$ 塩化チタン(III)液1mL=23.32mg  $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

#### 36 貯法

37 保存条件 遮光して保存する。

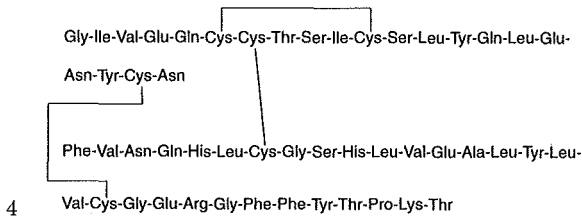
38 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

# 1 ヒトインスリン (遺伝子組換え)

## 1 ヒトインスリン (遺伝子組換え)

2 Insulin Human (Genetical Recombination)

3 インスリン(ヒト)(遺伝子組換え)



5 C<sub>257</sub>H<sub>383</sub>N<sub>65</sub>O<sub>77</sub>S<sub>6</sub> : 5807.57

6 [11061-68-0]

7 本品は遺伝子組換え技術を用いて製造されたもので、血糖  
8 を降下させる作用がある。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、1mg当たり  
10 27.5インスリン単位以上を含む。

11 性状 本品は白色の粉末である。

12 本品は水又はエタノール(95)にほとんど溶けない。

13 本品は0.01mol/L塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液に溶  
14 ける。

15 本品は吸湿性である。

16 確認試験 本品適量を精密に量り、0.01mol/L塩酸試液に溶か  
17 し、1mL中に2.0mgを含むように調製する。この液500μLを  
18 清浄な試験管にとり、pH7.5のヘブス緩衝液2.0mL及びV8  
19 プロテアーゼ酵素試液400μLを加え、25℃で6時間反応した  
20 後、硫酸アンモニウム緩衝液2.9mLを加えて反応を停止し、  
21 試料溶液とする。別にヒトインスリン標準品を同様の方法で  
22 操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつ  
23 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
24 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得られたクロ  
25 マトグラムにつき、溶媒ピークの直後に溶出するピーク及び  
26 その後に順次溶出するこれより明らかにピーク高さの大きい  
27 3本のピークを比較するとき、試料溶液及び標準溶液の各ピ  
28 ークの保持時間は同一であり、ピーク高さは同様である。

29 試験条件

30 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

31 カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に3μm  
32 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
33 リカゲルを充てんする。

34 カラム温度：40℃付近の一定温度

35 移動相：A液—水／硫酸アンモニウム緩衝液／アセトニ  
36 トリル混液(7：2：1)

37 B液—水／アセトニトリル／硫酸アンモニウム緩衝  
38 液混液(2：2：1)

39 試料注入後60分間にA液／B液混液(9：1)からA液  
40 /B液混液(3：7)となるように直線的勾配で移動相B  
41 液の割合を増加させながら送液し、次の5分間でB液  
42 100%となるように直線的勾配でB液の割合を増加さ  
43 せ、更にその後5分間はB液を送液する。

44 流量：毎分1.0mL

45 システム適合性

46 システムの性能：標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
47 操作するとき、溶媒ピーク直後に溶出するピークの後  
48 に溶出する、これより大きな最初の二つのピークのシ  
49 ンメトリー係数はそれぞれ1.5以下であり、両者のピ  
50 ークの分離度は3.4以上である。

51 純度試験

52 (1) 類縁物質 本操作は、速やかに行う。本品7.5mgを  
53 0.01mol/L塩酸試液2mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶  
54 液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
55 により試験を行う。別に、0.01mol/L塩酸試液20μLにつき、  
56 同様に試験を行い、溶媒由来のピークを確認する。試料溶液  
57 の各々のピーク面積を測定し、ヒトインスリンのピーク面積  
58 A<sub>I</sub>、ヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約1.3の  
59 デスアミド体のピーク面積A<sub>D</sub>及び溶媒由来のピーク以外の  
60 ピークの合計面積A<sub>T</sub>を求めるとき、デスアミド体の量及び  
61 デスアミド体以外の類縁物質の量は、それぞれ2.0%以下で  
62 ある。

63 デスアミド体の量(%)=A<sub>D</sub>/A<sub>T</sub>×100

64 デスアミド体以外の類縁物質の量(%)

65 =[{A<sub>T</sub>-(A<sub>I</sub>+A<sub>D</sub>)}]/A<sub>T</sub>×100

66 試験条件

67 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

68 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
69 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
70 リカゲルを充てんする。

71 カラム温度：40℃付近の一定温度

72 移動相：A液—pH2.3のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液  
73 /液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液  
74 (41：9)

75 B液—pH2.3のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液  
76 体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)

77 試料注入前及び試料注入後36分間はA液/B液混液  
78 (78：22)を送液する。次の25分間はA液/B液混液  
79 (33：67)となるようにB液の割合を直線的勾配で増加  
80 しながら送液し、更に次の6分間はA液/B液混液  
81 (33：67)を送液する。次の15分間はA液/B液混液  
82 (78：22)を送液する。なお、ヒトインスリンの保持時  
83 間が約25分になるように試料注入前のA液/B液混液  
84 の混合比を調整する。

85 流量：毎分1.0mL

86 面積測定範囲：試料注入直後から約75分間の範囲

87 システム適合性

88 検出の確認：ヒトインスリンデスアミド体含有試液  
89 20μLから得たデスアミド体のピーク高さがフルスケ  
90 ールの30~70%になることを確認する。

91 システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液  
92 20μLにつき、上記の条件で操作するとき、ヒトイン  
93 スリン、ヒトインスリンデスアミド体の順に溶出し、  
94 その分離度は2.0以上で、ヒトインスリンのピークの  
95 シンメトリー係数は1.8以下である。

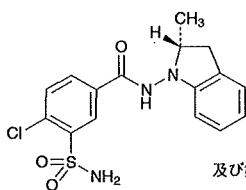
96 (2) 高分子たん白質 本品4mgを0.01mol/L塩酸試液1mL  
97 に溶かし、この液100μLにつき、次の条件で液体クロマト  
98 ラフィー (2.01) により試験を行う。この液の各々のピーク

2 ヒトインスリン(遺伝子組換え)

99	面積を測定するとき、ヒトインスリンのピークよりも保持時間	153	ヒトインスリン( $C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$ )の量(インスリン単位/mg)
100	間の小さいピークの合計面積は、全面積の1.0%以下である。	154	$= (M_S \times F) / D \times (A_{T1} + A_{T2}) / (A_{S1} + A_{S2}) \times 5 / M_T$
101	試験条件	155	$F$ : ヒトインスリン標準品の表示単位(インスリン単位
102	検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 276nm)	156	/mg)
103	カラム: 内径7.5mm, 長さ30cmのステンレス管に液体	157	$D$ : ヒトインスリン標準品の溶解に用いた0.01mol/L塩酸
104	クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする。	158	試液の量(mL)
105	カラム温度: 25°C付近の一定温度	159	$M_T$ : 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)
106	移動相: L-アルギニン溶液(1→1000)/アセトニトリル	160	$M_S$ : ヒトインスリン標準品の秤取量(mg)
107	/酢酸(100)混液(13: 4: 3)	161	試験条件
108	流量: ヒトインスリンの保持時間が約20分になるよう	162	検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 214nm)
109	に調整する。	163	カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m
110	面積測定範囲: ヒトインスリンの単量体のピークまでの	164	の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
111	範囲	165	リカゲルを充てんする。
112	システム適合性	166	カラム温度: 40°C付近の一定温度
113	検出の確認: ヒトインスリン二量体含有試液100 $\mu$ Lから	167	移動相: pH2.3のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体
114	得た二量体のピーク高さがフルスケールの10~50%	168	クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3: 1)。な
115	になることを確認する。	169	お、ヒトインスリンの保持時間が10~17分になるよ
116	システムの性能: ヒトインスリン二量体含有試液100 $\mu$ L	170	うに移動相組成の混合比を調整する。
117	につき、上記の条件で操作するとき、多量体、二量体、	171	流量: 毎分1.0mL
118	単量体の順に溶出し、二量体のピーク高さ $H_1$ 及び二	172	システム適合性
119	量体と単量体のピーク間の谷の高さ $H_2$ を測定すると	173	システムの性能: ヒトインスリンデスアミド体含有試液
120	き、 $H_1/H_2$ が2.0以上である。	174	20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ヒトイン
121	(3) その他の目的物質関連不純物 別に規定する。	175	スリン、デスアミド体の順に溶出し、その分離度が
122	(4) 工程由来不純物 別に規定する。	176	2.0以上で、ヒトインスリンのピークのシンメトリー
123	亜鉛含量 本品約50mgを精密に量り、0.01mol/L塩酸試液に	177	係数が1.8以下である。
124	溶かし、正確に25mLとし、必要ならば、更に0.01mol/L塩	178	システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
125	酸試液を加えて、1mL中に亜鉛(Zn: 65.38)0.4~1.6 $\mu$ gを含	179	で試験を6回繰り返すとき、ヒトインスリンのピーク
126	むように薄め、試料溶液とする。別に原子吸光度用亜鉛標	180	面積の相対標準偏差は1.6%以下である。
127	準液適量を正確に量り、0.01mol/L塩酸試液を加えて1mL中	181	貯法
128	に亜鉛(Zn: 65.38)0.40 $\mu$ g, 0.80 $\mu$ g, 1.20 $\mu$ g及び1.60 $\mu$ gを含	182	保存条件 遮光して、-20°C以下で保存する。
129	むように薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ	183	容器 気密容器。
130	き、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、		
131	標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛		
132	(Zn: 65.38)を定量するとき、換算した乾燥物に対し1.0%以		
133	下である。		
134	使用ガス:		
135	可燃性ガス アセチレン		
136	支燃性ガス 空気		
137	ランプ: 亜鉛中空陰極ランプ		
138	波長: 213.9nm		
139	乾燥減量(2.41) 10.0%以下(0.2g, 105°C, 24時間)。		
140	エンドトキシン(4.01) 10EU/mg未満。		
141	定量法 本操作は、速やかに行う。本品約7.5mgを精密に量り、		
142	0.01mol/L塩酸試液に溶かし、正確に5mLとし、試料溶液と		
143	する。別に、ヒトインスリン標準品適量を精密に量り、		
144	0.01mol/L塩酸試液に溶かし、表示単位に従い1mL中にヒト		
145	インスリン約40インスリン単位を含むように正確に薄め、		
146	標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確に		
147	とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試		
148	験を行う。試料溶液のヒトインスリンのピーク面積 $A_{T1}$ 及び		
149	ヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約1.3のデス		
150	アミド体のピーク面積 $A_{T2}$ 、並びに標準溶液のヒトインスリ		
151	ンのピーク面積 $A_{S1}$ 及びデスアミド体のピーク面積 $A_{S2}$ を測定		
152	する。		

## 1 インダパミド

## 2 Indapamide



及び鏡像異性体

4  $C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$  : 365.835 4-Chloro-N-[(2*R,S*)-2-methyl-2,3-dihydro-1*H*-indol-1-yl]-

6 3-sulfamoylbenzamide

7 [26807-65-8]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、インダパミ  
9 ド( $C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$ )98.5~101.5%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品はエタノール(99.5)に溶けやすく、水にほとんど溶け  
12 ない。

13 本品のエタノール(99.5)溶液(1→10)は旋光性を示さない。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫  
16 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインダパミ  
18 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較す  
19 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
20 の吸収を認める。

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

26 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
27 色を呈する。

28 融点(2.60) 167~171°C

## 29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品1.5gに水50mLを加えて15分間振  
31 り混ぜた後、氷水中で30分間放置し、ろ過する。ろ液30mL  
32 に希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
33 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える  
34 (0.01%以下)。

35 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
37 下)。

38 (3) 類縁物質 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本  
39 品0.10gをエタノール(99.5)5mLに溶かし、試料溶液とする。  
40 この液1mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に  
41 200mLとし、標準溶液(1)とする。この液5mLを正確に量り、  
42 エタノール(99.5)を加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)と  
43 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
44 により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液  
45 (2)10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤  
46 入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。直ちに酢酸

47 エチル/シクロヘキサン/酢酸(100)混液(100 : 80 : 1)を展  
48 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
49 に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た  
50 主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポッ  
51 トより濃くない。また、試料溶液から得た各類縁物質のスポ  
52 ットの濃さを標準溶液(1)及び標準溶液(2)と比較して各類縁  
53 物質の量を求めるとき、その合計は2.0%以下である。

54 (4) 残留溶媒 別に規定する。

55 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(0.5g, 減圧・0.67kPa以下, 酸化  
56 リン(V), 110°C, 2時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品及びインダパミド標準品(別途本品と同様の条件  
59 で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約20mgずつを精密に量  
60 り、それぞれを水/エタノール(99.5)混液(1 : 1)に溶かし、  
61 正確に100mLとする。この液10mLずつを正確に量り、それ  
62 ぞれに内標準溶液2mLずつを正確に加え、更に水/エタノ  
63 ール(99.5)混液(1 : 1)を加えて20mLとし、試料溶液及び標  
64 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条  
65 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内  
66 標準物質のピーク面積に対するインダパミドのピーク面積の  
67 比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

68 インダパミド( $C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$ 69  $M_S$ : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)70 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/エタ  
71 ノール(99.5)混液(1 : 1)溶液(3→1000)

## 72 試験条件

73 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 287nm)

74 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
75 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
76 リカゲルを充てんする。

77 カラム温度: 40°C付近の一定温度

78 移動相: 薄めたリン酸(1→1000)/アセトニトリル/メ  
79 タノール混液(6 : 3 : 1)80 流量: インダパミドの保持時間が約6分になるように調  
81 整する。

## 82 システム適合性

83 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
84 操作するとき、インダパミド、内標準物質の順に溶出  
85 し、その分離度は4以上である。86 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
87 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
88 に対するインダパミドのピーク面積の比の相対標準偏  
89 差は1.0%以下である。

## 90 貯法

91 保存条件 遮光して保存する。

92 容器 気密容器。

# 1 インダパミド錠

## 1 インダパミド錠

### 2 Indapamide Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~103.0%に対応する  
4 インダパミド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S : 365.83)を含む。

5 製法 本品は「インダパミド」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「インダパミド」  
8 10mgに対応する量を取り、酢酸エチル5mLを加えて10分間  
9 振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に  
10 インダパミド標準品10mgを酢酸エチル5mLに溶かし、標準  
11 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
12 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつ  
13 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
14 て調製した薄層板にスポットする。直ちに酢酸エチル/シク  
15 ロヘキサン/酢酸(100)混液(100 : 80 : 1)を展開溶媒として  
16 約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
17 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及  
18 び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し、それらのR<sub>f</sub>  
19 値は等しい。

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

22 本品1個をとり、内標準溶液V/10mLを正確に加え、  
23 1mL中にインダパミド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)約0.1mgを含む液と  
24 なるように水/エタノール(99.5)混液(1 : 1)を加えてV mLと  
25 し、振り混ぜて崩壊させた後、10分間超音波処理する。更  
26 に10分間振り混ぜ、遠心分離した後、上澄液を試料溶液と  
27 する。以下定量法を準用する。

28 インダパミド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)の量(mg)

$$29 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$$

30 M<sub>S</sub> : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)

31 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/エタ  
32 ノール(99.5)混液(1 : 1)溶液(3→1000)

33 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
34 毎分50回転で試験を行うとき、1mg錠の45分間の溶出率及  
35 び2mg錠の90分間の溶出率は、それぞれ70%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中にインダパミド  
40 (C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)約1.1μgを含む液となるように水を加えて  
41 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にインダパミド標  
42 準品(別途「インダパミド」と同様の条件で乾燥減量 (2.41)  
43 を測定しておく)約20mgを精密に量り、エタノール(99.5)に  
44 溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水  
45 を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量  
46 り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
47 溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
48 クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、インダパミ  
49 ドのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

50 インダパミド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)  
51  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

52 M<sub>S</sub> : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)  
53 C : 1錠中のインダパミド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)の表示量(mg)

54 試験条件

55 「インダパミド」の定量法の試験条件を準用する。

56 システム適合性

57 システムの性能 : 標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
58 操作するとき、インダパミドのピークの理論段数及び  
59 シンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、1.5以下  
60 である。

61 システムの再現性 : 標準溶液50μLにつき、上記の条件  
62 で試験を6回繰り返すとき、インダパミドのピーク面  
63 積の相対標準偏差は1.5%以下である。

64 定量法 本品20個をとり、水/エタノール(99.5)混液(1 :  
65 1)80mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させた後、10分間超音  
66 波処理する。更に10分間振り混ぜた後、水/エタノール  
67 (99.5)混液(1 : 1)を加えて正確に100mLとする。インダパミ  
68 ド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)約2mgに対応する容量を正確に量り、内  
69 標準溶液2mLを正確に加え、更に水/エタノール(99.5)混液  
70 (1 : 1)を加えて20mLとする。この液を遠心分離し、上澄液  
71 を試料溶液とする。別にインダパミド標準品(別途「インダ  
72 パミド」と同様の条件で乾燥減量 (2.41)を測定しておく)約  
73 20mgを精密に量り、水/エタノール(99.5)混液(1 : 1)に溶か  
74 し正確に100mLとする。この液10mLを正確にとり、内標準  
75 溶液2mLを正確に加え、更に水/エタノール(99.5)混液(1 :  
76 1)を加え、20mLとし、標準溶液とする。以下「インダパミ  
77 ド」の定量法を準用する。

78 インダパミド(C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)の量(mg)

$$79 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$$

80 M<sub>S</sub> : 乾燥物に換算したインダパミド標準品の秤取量(mg)

81 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/エタ  
82 ノール(99.5)混液(1 : 1)溶液(3→1000)

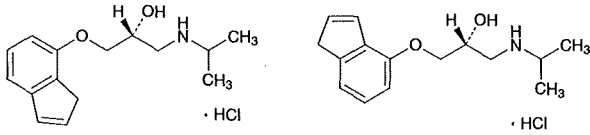
83 貯法 容器 気密容器。

1 インデノロール塩酸塩

1 インデノロール塩酸塩

2 Indenolol Hydrochloride

3 塩酸インデノロール



4 及び鏡像異性体

5 C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>2</sub> · HCl : 283.79

6 (2R)-1-(3H-Inden-4-yloxy)-

7 3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

8 (2S)-1-(3H-Inden-7-yloxy)-

9 3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

10 [68906-88-7]

11 本品は、(2R)-1-(3H-インデン-4-イルオキシ)-3-  
12 -(1-メチルエチル)アミノプロパン-2-オール塩酸塩と  
13 (2S)-1-(3H-インデン-7-イルオキシ)-3-(1-メチ  
14 ルエチル)アミノプロパン-2-オール塩酸塩の混合物であ  
15 る。

16 本品を乾燥したものは定量するとき、インデノロール塩酸  
17 塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>2</sub> · HCl)98.5%以上を含む。

18 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

19 本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)又  
20 はクロロホルムにやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、  
21 酢酸エチルに極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとん  
22 ど溶けない。

23 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である。

24 本品は光によって着色する。

25 確認試験

26 (1) 本品0.1gに希塩酸1～2滴及び水5mLを加えて溶かし、  
27 ライネッケ塩試液1mLを加えるとき、赤紫色の沈殿を生じ  
28 る。

29 (2) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測  
30 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
31 トルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、両者のスペ  
32 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。ま  
33 た、本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測定  
34 法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクト  
35 ルと本品の参照スペクトル2を比較するとき、両者のスペク  
36 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

37 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
38 塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
39 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
40 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

41 (4) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
42 する。

43 吸光度(2.24) E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>(250nm) : 330～340(乾燥後, 10mg, 水,  
44 1000mL)。

45 融点(2.60) 140～143℃

46 純度試験

47 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色～

48 微黄色澄明である。

49 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
50 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
51 下)。

52 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
53 製し、試験を行う(2ppm以下)。

54 (4) 類縁物質 本品0.20gをクロロホルム10mLに溶かし、  
55 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
56 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液  
57 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
58 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
59 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
60 トする。次に1,2-ジクロロエタン/エタノール(99.5)/ア  
61 ンモニア水(28)混液(70 : 15 : 2)を展開溶媒として約12cm展  
62 開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)  
63 を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポッ  
64 トは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

65 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 4時間)。

66 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

67 異性体比 本品5mgを酢酸エチル/ガスクロマトグラフィー用  
68 無水トリフルオロ酢酸混液(9 : 1)1.0mLに溶かし、試料溶液  
69 とする。試料溶液2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラ  
70 フィー(2.02)により試験を行う。保持時間16分付近に近接  
71 して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク  
72 面積A<sub>a</sub>及び保持時間の大きい方のピーク面積A<sub>b</sub>を測定する  
73 とき、A<sub>a</sub>/(A<sub>a</sub>+A<sub>b</sub>)は0.6～0.7である。

74 操作条件

75 検出器 : 水素炎イオン化検出器

76 カラム : 内径約2mm, 長さ約2mのガラス管にガスクロ  
77 マトグラフィー用65%フェニルメチルシリコーン  
78 ポリマーを150～180μmのガスクロマトグラフィー用  
79 ケイソウ土に2%の割合で被覆したものを充てんする。

80 カラム温度 : 150～170℃の一定温度

81 キャリヤガス : ヘリウム

82 流量 : インデノロール塩酸塩の2つのピークのうち、先  
83 に流出するピークの保持時間が約16分になるように  
84 調整する。

85 カラムの選定 : 試料溶液2μLにつき、上記の条件で操作  
86 するとき、2つのピークの分離度が1.1以上のものを用  
87 いる。

88 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
89 酢酸(100)混液(4 : 1)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
90 定(2.50)する(指示薬 : クリスタルパイオレット試液3滴)。  
91 ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わると  
92 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

93 0.1mol/L過塩素酸1mL = 28.38mg C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>2</sub> · HCl

94 貯法

95 保存条件 遮光して保存する。

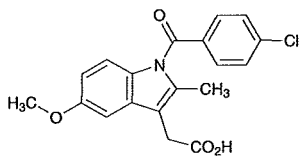
96 容器 密閉容器。



1 インドメタシン

1 インドメタシン

2 Indometacin



3

4  $C_{19}H_{16}ClNO_4$  : 357.79

5 [1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1H-indol-3-

6 yl]acetic acid

7 [53-86-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、インドメタシン  
9 ( $C_{19}H_{16}ClNO_4$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の微細な結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール、エタノール(95)又はジエチルエーテル  
12 にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 本品は光によって着色する。

15 融点 : 155～162°C

16 確認試験

17 (1) 本品2mgをメタノール100mLに溶かした液につき、  
18 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
19 し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインドメ  
20 タシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを  
21 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
22 の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
24 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
25 本品の参照スペクトル又は乾燥したインドメタシン標準品の  
26 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
27 ところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペク  
28 トルに差を認めるときは、それぞれをジエチルエーテルから  
29 再結晶し、結晶をろ取し、乾燥したのものにつき、同様の試験  
30 を行う。

31 (3) 本品につき、炎色反応試験(2) (1.04) を行うとき、緑  
32 色を呈する。

33 純度試験

34 (1) 酸 本品1.0gに水50mLを加え、5分間振り混ぜてろ  
35 過し、ろ液に0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及びフェ  
36 ノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液の色は赤色であ  
37 る。

38 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
40 下)。

41 (3) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
42 製し、試験を行う(2ppm以下)。

43 (4) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
44 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
45 加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、メタ  
46 ノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これら  
47 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を

48 行う。試料溶液及び標準溶液25 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
49 フィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板に  
50 スポットする。次に無水ジエチルエーテル/酢酸(100)混液  
51 (100 : 3)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
52 乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料  
53 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
54 たスポットより濃くない。

55 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

56 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、メタノール  
58 60mLに溶かし、水30mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウ  
59 ム液で滴定 (2.50) する(指示薬 : フェノールフタレイン試液  
60 3滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

61 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=35.78mg  $C_{19}H_{16}ClNO_4$

62 貯法

63 保存条件 遮光して保存する。

64 容器 気密容器。

# 1 インドメタシンカプセル

## 1 インドメタシンカプセル

### 2 Indometacin Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>: 357.79)を含む。

5 製法 本品は「インドメタシン」をとり、カプセル剤の製法に  
6 より製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い  
8 「インドメタシン」0.1gに対応する量を取り、クロロホルム  
9 20mLを加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をろ  
10 過する。ろ液を蒸発乾固し、冷後、メタノール20mLを加え  
11 て溶かす。その液10mLにメタノールを加えて50mLとする。  
12 この液2mLにメタノールを加えて100mLとし、試料溶液と  
13 する。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
14 吸収スペクトルを測定するとき、波長317~321nmに吸収の  
15 極大を示す。

16 純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、粉末とする。  
17 表示量に従い「インドメタシン」0.10gに対応する量を取り、  
18 メタノール10mLを正確に加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、  
19 ろ液を試料溶液とする。別にインドメタシン標準品25mgを  
20 とり、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液  
21 1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、  
22 標準溶液とする。以下「インドメタシン」の純度試験(4)を  
23 準用する。

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

26 本品1個をとり、内容物を取り出し、1mL中にインドメタ  
27 シン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)約1mgを含む液となるようにメタノール  
28 に溶かし、正確にV mLとする。この液をろ過し、初めのろ  
29 液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、内標準溶液3  
30 mLを正確に加え、更に移動相を加えて100mLとし、試料溶  
31 液とする。別にインドメタシン標準品を105°Cで4時間乾燥  
32 し、その約25mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確  
33 に25mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液3mL  
34 を正確に加え、更に移動相を加えて100mLとし、標準溶液  
35 とする。以下定量法を準用する。

36 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量(mg)

$$37 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$$

38 M<sub>S</sub>: インドメタシン標準品の秤取量(mg)

39 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
40 (1→1000)

41 溶出性(6.10) 試験液に水/pH7.2のリン酸塩緩衝液混液(4:  
42 1)900mLを用い、回転バスケット法により、毎分100回転で  
43 試験を行うとき、本品の20分間の溶出率は75%以上である。  
44 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
45 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
46 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
47 確に量り、表示量に従い1mL中にインドメタシン  
48 (C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)約28μgを含む液となるように試験液を加えて  
49 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にインドメタシン  
50 標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約30mgを精密に量り、  
51 試験液に溶かし、正確に1000mLとし、標準溶液とする。試

52 料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
53 により試験を行い、波長320nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を  
54 測定する。

55 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$56 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

57 M<sub>S</sub>: インドメタシン標準品の秤取量(mg)

58 C: 1カプセル中のインドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)の表示量  
59 (mg)

60 定量法 本品20個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物  
61 を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。  
62 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)約50mgに対応する量を精密  
63 に量り、メタノール40mLに溶かし、更にメタノールを加え  
64 て正確に50mLとする。この液をろ過し、初めのろ液10mL  
65 を除き、次のろ液5mLを正確に量り、内標準溶液3mLを正  
66 確に加え、更に移動相を加えて100mLとし、試料溶液とす  
67 る。別にインドメタシン標準品を105°Cで4時間乾燥し、そ  
68 の約50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
69 50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液3mLを  
70 正確に加え、更に移動相を加えて100mLとし、標準溶液と  
71 する。試料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体  
72 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
73 のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>  
74 及びQ<sub>S</sub>を求める。

75 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

76 M<sub>S</sub>: インドメタシン標準品の秤取量(mg)

77 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
78 (1→1000)

79 試験条件

80 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

81 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に7μm  
82 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
83 リカゲルを充てんする。

84 カラム温度: 25°C付近の一定温度

85 移動相: メタノール/薄めたリン酸(1→1000)混液(7:  
86 3)

87 流量: インドメタシンの保持時間が約8分になるように  
88 調整する。

89 システム適合性

90 システムの性能: 4-クロロ安息香酸50mg、パラオキ  
91 シ安息香酸ブチル30mg及びインドメタシン50mgを  
92 メタノール50mLに溶かす。この液5mLに移動相を加  
93 えて100mLとする。この液20μLにつき、上記の条件  
94 で操作するとき、4-クロロ安息香酸、パラオキシ安  
95 息香酸ブチル、インドメタシンの順に溶出し、4-ク  
96 ロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は  
97 2.0以上、パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシ  
98 ンの分離度は5以上である。

99 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
100 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
101 に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準  
102 偏差は1.0%以下である。

2 インドメタシンカプセル

103 貯法 容器 気密容器.

## 1 インドメタシン坐剤

### 1 インドメタシン坐剤

#### 2 Indometacin Suppositories

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>: 357.79)を含む。

5 製法 本品は「インドメタシン」をとり、坐剤の製法により製  
6 する。

7 確認試験 本品の表示量に従い「インドメタシン」0.05gに対  
8 応する量を取り、メタノール20mLを加え、加温して溶かし、  
9 メタノールを加えて50mLとし、必要ならばろ過し、この液  
10 2mLにメタノールを加えて100mLとし、試料溶液とする。  
11 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
12 ペクトルを測定するとき、波長317~321nmに吸収の極大を  
13 示す。

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

16 本品1個をとり、メタノール/酢酸(100)混液(200 :  
17 1)80mLを加え、加温して溶かし、メタノール/酢酸(100)混  
18 液(200 : 1)を加えて正確に100mLとする。この液のインド  
19 メタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)約2mgに対応する容量V mLを正確  
20 に量り、メタノール/酢酸(100)混液(200 : 1)を加えて正確  
21 に50mLとし、試料溶液とする。別にインドメタシン標準品  
22 を105°Cで4時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、メタノ  
23 ール/酢酸(100)混液(200 : 1)に溶かし、正確に100mLとす  
24 る。この液4mLを正確に量り、メタノール/酢酸(100)混液  
25 (200 : 1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試  
26 料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
27 により試験を行い、波長320nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を  
28 測定する。

29 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量(mg)

$$30 = M_S \times A_T / A_S \times 2 / V$$

31 M<sub>S</sub>: インドメタシン標準品の秤取量(mg)

32 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、注意  
33 して細片とし、均一に混和する。インドメタシン  
34 (C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)約50mgに対応する量を精密に量り、テトラ  
35 ヒドロフラン40mLを加え、40°Cに加温し、振り混ぜて溶か  
36 し、冷後、更にテトラヒドロフランを加えて正確に50mLと  
37 する。この液をろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
38 5mLを正確に量り、内標準溶液3mLを正確に加え、更に移  
39 動相を加えて100mLとする。この液を30分間放置し、孔径  
40 0.5µmのメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10mL  
41 を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にインドメタシン標  
42 準品を105°Cで4時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、テ  
43 トラヒドロフランに溶かし、正確に50mLとする。この液  
44 5mLを正確に量り、試料溶液と同様に操作し、標準溶液と  
45 する。試料溶液及び標準溶液20µLにつき、次の条件で液体  
46 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
47 のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>  
48 及びQ<sub>S</sub>を求める。

49 インドメタシン(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

50 M<sub>S</sub>: インドメタシン標準品の秤取量(mg)

51 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
52 (1→1000)

53 試験条件

54 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

55 カラム: 内径4.0mm、長さ25cmのステンレス管に7µm  
56 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
57 リカゲルを充てんする。

58 カラム温度: 25°C付近の一定温度

59 移動相: メタノール/薄めたリン酸(1→1000)混液(7 :  
60 3)

61 流量: インドメタシンの保持時間が約8分になるように  
62 調整する。

63 システム適合性

64 システムの性能: 4-クロロ安息香酸50mg、パラオキ  
65 シ安息香酸ブチル30mg及びインドメタシン50mgを  
66 メタノール50mLに溶かす。この液5mLに移動相を加  
67 えて100mLとする。この液20µLにつき、上記の条件  
68 で操作するとき、4-クロロ安息香酸、パラオキシ安  
69 息香酸ブチル、インドメタシンの順に溶出し、4-ク  
70 ロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は  
71 2.0以上、パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシ  
72 ンの分離度は5以上である。

73 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
75 に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準  
76 偏差は1.0%以下である。

77 貯法

78 保存条件 遮光して、冷所に保存する。

79 容器 密閉容器。

## 1 インフルエンザHAワクチン

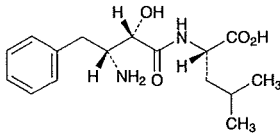
### 1 インフルエンザHAワクチン

#### 2 Influenza HA Vaccine

- 3 本品はインフルエンザウイルスのヘムアグルチニンを含む
- 4 液状の注射剤である。
- 5 本品は生物学的製剤基準のインフルエンザHAワクチンの
- 6 条に適合する。
- 7 性状 本品は澄明又はわずかに白濁した液である。

1 ウベニメクス

2 Ubenimex



3

4 C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 308.37

5 (2S)-2-[(2S,3R)-3-Amino-2-hydroxy-

6 4-phenylbutanoylamino]-4-methylpentanoic acid

7 [58970-76-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ウベニメクス  
9 (C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水に溶けにくく、エタノ  
12 ール(99.5)に極めて溶けにくい。

13 本品は1mol/L塩酸試液に溶ける。

14 融点：約230℃(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→2000)につき、紫外可視吸光度測定  
17 法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
18 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
19 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

24 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -15.5~-17.5°(乾燥後, 0.5g,  
25 1mol/L塩酸試液, 50mL, 100mm)。

26 純度試験

27 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
29 下)。

30 (2) 類縁物質 本品30mgを移動相A10mLに溶かし、試料  
31 溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相Aを加えて正  
32 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
33 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
34 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
35 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のウベニメ  
36 クス以外のピーク面積は、標準溶液のウベニメクスのピー  
37 ク面積の1/2より大きくない。また、試料溶液のウベニメ  
38 クス以外のピーク面積の合計面積は、標準溶液のウベニメクスの  
39 ピーク面積より大きくない。

40 試験条件

41 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

42 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
43 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
44 リカゲルを充てんする。

45 カラム温度：25℃付近の一定温度

46 移動相A：薄めた0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
47 (13→20)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
48 混液(17：3)

49 移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/  
50 薄めた0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液(13→20)混  
51 液(2：1)

52 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
53 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 20	100	0
20 ~ 60	100 → 0	0 → 100
60 ~ 70	0	100

54 流量：ウベニメクスの保持時間が約14分になるように  
55 調整する。

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からウベニメクスの保  
57 持時間の約5倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相Aを加  
60 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たウベ  
61 ニメクスのピーク面積が、標準溶液のウベニメクスの  
62 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

63 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
64 操作するとき、ウベニメクスのピークの理論段数及び  
65 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下  
66 である。

67 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
68 で試験を6回繰り返すとき、ウベニメクスのピーク面  
69 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 80℃, 4時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
73 (100)60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
74 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

75 0.1mol/L過塩素酸1mL=30.84mg C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

76 貯法 容器 気密容器。

## 1 ウベニメクスカプセル

## 2 Ubenimex Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 ウベニメクス(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 308.37)を含む。

5 製法 本品は「ウベニメクス」をとり、カプセル剤の製法によ  
6 り製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「ウベニメ  
8 クス」25mgに対応する量を取り、水を加えて50mLとし、  
9 よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度  
10 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長  
11 250~254nm, 255~259nm及び261~265nmに吸収の極大  
12 を示す。

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

15 本品1個をとり、水/アセトニトリル混液(7:3)30mLを  
16 加え、30分間よく振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液  
17 (7:3)を加えて正確に50mLとする。この液を遠心分離し、  
18 上澄液を孔径0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過す  
19 る。初めのろ液5mLを除き、次のろ液のウベニメクス  
20 (C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約3mgに対応する容量V mLを正確に量り、内  
21 標準溶液4mLを正確に加え、水/アセトニトリル混液(7:3)  
22 を加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用ウベニメ  
23 クスを80°Cで4時間減圧乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
24 水/アセトニトリル混液(7:3)に溶かし、正確に100mLと  
25 する。この液15mLを正確に量り、内標準溶液4mLを正確に  
26 加え、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて50mLとし、  
27 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20µLにつき、次の  
28 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
29 内標準物質のピーク面積に対するウベニメクスのピーク面積  
30 の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

31 ウベニメクス(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)  
32  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 15 / 2$

33 M<sub>S</sub>: 定量用ウベニメクスの秤取量(mg)

34 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの水/アセトニ  
35 リル混液(7:3)溶液(1→2000)

36 試験条件

37 定量法の試験条件を準用する。

38 システムの適合性

39 システムの性能: 標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
40 操作するとき、ウベニメクス、内標準物質の順に溶出  
41 し、その分離度は10以上である。

42 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
43 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
44 に対するウベニメクスのピーク面積の比の相対標準偏  
45 差は2.0%以下である。

46 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、シンカーを使用し  
47 て、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品  
48 の30分間の溶出率は70%以上である。

49 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
50 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
51 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを

52 正確に量り、表示量に従い1mL中にウベニメクス  
53 (C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約11µgを含む液となるように水/アセトニト  
54 リル混液(7:3)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。  
55 別に定量用ウベニメクスを80°Cで4時間減圧乾燥し、その約  
56 22mgを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)に溶か  
57 し、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水/  
58 アセトニトリル混液(7:3)を加えて正確に100mLとし、標  
59 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50µLずつを正確にと  
60 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
61 を行い、ウベニメクスのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

62 ウベニメクス(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

63  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

64 M<sub>S</sub>: 定量用ウベニメクスの秤取量(mg)

65 C: 1カプセル中のウベニメクス(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量  
66 (mg)

67 試験条件

68 定量法の試験条件を準用する。

69 システム適合性

70 システムの性能: 標準溶液50µLにつき、上記の条件で  
71 操作するとき、ウベニメクスのピークの理論段数及び  
72 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下  
73 である。

74 システムの再現性: 標準溶液50µLにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、ウベニメクスのピーク面  
76 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 定量法 本品10個をとり、水/アセトニトリル混液(7:  
78 3)140mLを加え、30分間よく振り混ぜた後、水/アセトニ  
79 トリル混液(7:3)を加えて正確に200mLとする。この液を  
80 遠心分離し、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液  
81 のウベニメクス(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約7.5mgに対応する容量を正確  
82 に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、水/アセトニ  
83 トリル混液(7:3)を加えて50mLとし、試料溶液とする。別  
84 に定量用ウベニメクスを80°Cで4時間減圧乾燥し、その約  
85 30mgを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)に溶か  
86 し、正確に20mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準  
87 溶液10mLを正確に加えた後、水/アセトニトリル混液(7:  
88 3)を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
89 溶液20µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
90 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
91 るウベニメクスのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

92 ウベニメクス(C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

93  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 4$

94 M<sub>S</sub>: 定量用ウベニメクスの秤取量(mg)

95 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの水/アセトニト  
96 リル混液(7:3)溶液(1→2000)

97 試験条件

98 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 200nm)

99 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5µm  
100 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
101 リカゲルを充てんする。

102 カラム温度: 30°C付近の一定温度

## 2 ウベニメクスカプセル

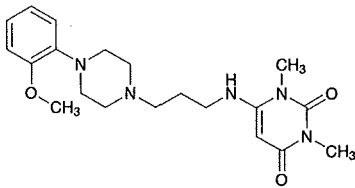
- 103 移動相：薄めたリン酸(1→100)/液体クロマトグラフィ  
104 ー用アセトニトリル混液(83：17)  
105 流量：ウベニメクスの保持時間が約8分になるように調  
106 整する。  
107 システム適合性  
108 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 操作するとき、ウベニメクス、内標準物質の順に溶出  
110 し、その分離度は10以上である。  
111 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
112 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
113 に対するウベニメクスのピーク面積の比の相対標準偏  
114 差は1.0%以下である。  
115 貯法 容器 気密容器。



1 ウラピジル

1 ウラピジル

2 Urapidil



3

4  $C_{20}H_{29}N_5O_3$  : 387.48

5 6-[3-[4-(2-Methoxyphenyl)piperazin-1-yl]propylamino]-

6 1,3-dimethyluracil

7 [34661-75-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ウラピジル

9 ( $C_{20}H_{29}N_5O_3$ )98.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は

11 苦い。

12 本品は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)又はアセ

13 トンにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき、紫外

16 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、

17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、

18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を

19 認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭

21 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

22 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同

23 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 融点(2.60) 156~161°C

25 純度試験

26 (1) 塩化物(1.03) 本品3.0gをアセトン40mL及び希硝酸

27 6mLに溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、

28 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLにアセトン

29 40mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.003%以

30 下)。

31 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、

32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

33 下)。

34 (3) 類縁物質 本品40mgをエタノール(95)5mLに溶かし、

35 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)

36 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液

37 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。

38 試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用

39 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット

40 する。次に酢酸エチル/エタノール(95)/アンモニア水(28)

41 混液(22:13:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層

42 板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、

43 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、1個以下で、

44 標準溶液から得たスポットより濃くない。

45 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

46 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

47 定量法 本品を乾燥し、その約70mgを精密に量り、酢酸

48 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する

49 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

50 0.1mol/L過塩素酸1mL=12.92mg  $C_{20}H_{29}N_5O_3$

51 貯法 容器 気密容器。

## 1 ウリナスタチン

## 2 Ulinastatin

3 本品はヒト尿から分離精製して得たトリプシン阻害活性を  
4 有する糖たん白質を含む液である。

5 本品は定量するとき、1mL中に45000単位以上のウリナスタ  
6 チンを含み、たん白質1mg当たり2500単位以上を含む。

7 性状 本品は淡褐色～褐色の澄明な液である。

## 8 確認試験

9 (1) 本品の適量に水を加え、1mL中に4000単位を含むよ  
10 うに調製した液1mLに、フェノール溶液(1→20)1mLを加え、  
11 更に注意しながら硫酸5mLを加えて振り混ぜるとき、液は  
12 だいたい色～赤だいたい色を呈する。

13 (2) 本品の適量に水を加え、1mL中に2000単位を含むよ  
14 うに調製した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
15 り吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照  
16 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長の  
17 ところに同様の強度の吸収を認める。

18 (3) 本品の適量にpH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタノー  
19 ル緩衝液を加え、1mL中に500単位を含むように調製し、試  
20 料溶液とする。別にpH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタノー  
21 ル緩衝液をとり、対照液とする。試料溶液及び対照液それぞ  
22 れ0.1mLをとり、これにpH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタ  
23 ノール緩衝液1.6mLを加え、更にウリナスタチン試験用トリ  
24 プシン試液0.2mLを加えて振り混ぜた後、25℃の水浴中で1  
25 分間放置する。この液に*N*- $\alpha$ -ベンゾイル-L-アルギニ  
26 ン-4-ニトロアニリド試液1mLを加えて振り混ぜ、更に  
27 25℃の水浴中で2分間放置するとき、試料溶液は無色、対照  
28 液は黄色を呈する。

29 (4) カンテン末1.5gにpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム  
30 緩衝液100mLを加え、水浴中で加熱して溶かし、直ちに水  
31 平な台の上に置いたガラスシャーレにカンテン層が約2mm  
32 の厚さになるように注ぐ。カンテン溶液が固まった後、  
33 6mmの間隔で直径約2.5mmの穴を2個(穴A、穴B)あける。

34 本品の適量にpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液を  
35 加え、1mL中に500単位を含むように調製した液を穴Aに、  
36 抗ウリナスタチンウサギ血清を穴Bにそれぞれ10 $\mu$ Lずつ入  
37 れ、カンテン板が乾燥しないようふたをして室温で一晩放置  
38 するとき、1本の明瞭な沈降線を生じる。

39 pH (2.54) 6.0～8.0

40 比活性 本品につき、定量法及び次の試験を行うとき、たん白  
41 質1mg当たり2500単位以上のウリナスタチンを含む。

42 (i) 試料溶液 本品の表示量に従いウリナスタチン約  
43 10000単位に対応する量を正確に量り、水を加えて正確に  
44 20mLとする。

45 (ii) 標準溶液 ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン  
46 約10mgを精密に量り、水に溶かし、正確に20mLとする。  
47 この液に水を加え、1mL中にウリナスタチン試験用ウシ血  
48 清アルブミンをそれぞれ正確に300、200、100及び50 $\mu$ g含  
49 む4種の標準溶液を調製する。

50 (iii) 操作法 内径約18mm、長さ約130mmのガラス試験  
51 管に各標準溶液及び試料溶液0.5mLずつを、正確にとる。そ  
52 れぞれにアルカリ性銅試液5mLを正確に加えて振り混ぜ、

53 30℃の水浴中で10分間加温した後、更に、薄めたフォリン  
54 試液(1→2)0.5mLを正確に加えて振り混ぜ、30℃の水浴中で  
55 20分間加温する。これらの液につき、水0.5mLを用いて同  
56 様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法  
57 (2.24)により試験を行い、波長750nmにおける吸光度を測  
58 定する。

59 各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃  
60 度とする検量線を作成する。これに試料溶液から得た吸光度  
61 をあてて試料溶液中のたん白質量を求め、検体1mL中の含  
62 量を計算する。

## 63 純度試験

64 (1) 重金属 (1.07) 本品10mLをとり、第2法により操作  
65 し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(1ppm  
66 以下)。

67 (2) 類縁物質 本品の適量に水を加え、1mL中に12500単  
68 位を含むように調製し、試料原液とする。試料原液0.25mL  
69 を正確に量り、これにグリセリン0.2mL及び0.05%プロモフ  
70 フェノールブルー試液0.05mLを正確に加えて混和し、試料溶  
71 液とする。別に、試料原液1mLを正確に量り、水を加えて  
72 正確に100mLとする。この液0.25mLを正確に量り、グリセ  
73 リン0.2mL及び0.05%プロモフェノールブルー試液0.05mL  
74 を正確に加えて混和し、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
75 溶液につき、次の方法により試験を行うとき、試料溶液から  
76 得た主泳動帯以外の泳動帯は標準溶液から得た泳動帯より濃  
77 くない。

78 (i) ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液A 2  
79 -アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール  
80 18.2gを水80mLに溶かし、6mol/L塩酸試液を加えてpH8.8  
81 に調整し、水を加えて100mLとする。

82 (ii) ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液B 2  
83 -アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール  
84 6.0gを水80mLに溶かし、6mol/L塩酸試液を加えてpH8.8に  
85 調整し、水を加えて100mLとする。

86 (iii) ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液C 2  
87 -アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール  
88 3.0g及びグリシン14.4gを水に溶かし、1000mLとする。

89 (iv) ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液  
90 アクリルアミド30g及び*N,N'*-メチレンビスアクリルアミ  
91 ド0.8gを水に溶かし、100mLとする。

92 (v) 分離用ゲル ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリ  
93 ス緩衝液A15mL、ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アク  
94 リルアミド液20mL、水24.5mL、*N,N,N',N'*-テトラメチ  
95 ルエチレンジアミン0.022mL、10%ペルオキシ二硫酸アン  
96 モニウム試液0.32mL及び1mol/L亜硫酸ナトリウム試液  
97 0.3mLの割合の各液を加えて静かに振り混ぜ、ゲル作成用プ  
98 レートに静かに注ぎ、その上に水を重層して1時間静置する。

99 (vi) 濃縮用ゲル 分離用ゲル上の水を除き、ポリアクリル  
100 アミドゲル電気泳動用トリス緩衝液B2.5mL、ポリアクリル  
101 アミドゲル電気泳動用アクリルアミド液2.66mL、水  
102 14.6mL、*N,N,N',N'*-テトラメチルエチレンジアミン  
103 0.01mL、10%ペルオキシ二硫酸アンモニウム試液0.2mL及  
104 び1mol/L亜硫酸ナトリウム試液0.04mLの割合の各液を加え  
105 て混合した液を、分離用ゲル上に加える。濃縮用ゲルの高さ  
106 が約15mmになるようにプラスチックの溝枠を水平に取り付

107 け、2時間静置する。  
 108 (vi) 操作法 泳動 スラブゲル電気泳動装置に調製したゲル  
 109 を取り付け、上下の電極槽にそれぞれ必要量のポリアクリ  
 110 ルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液Cを入れる。マイクロ  
 111 シリンジを用いて標準溶液及び試料溶液10 $\mu$ Lずつを濃縮用  
 112 ゲルの溝に静かに注ぎ、下側を陽極として、電気泳動を行う。  
 113 プロモフェノールブルーの帯が分離用ゲルの下端から約10  
 114 mmの位置に達したとき、電気泳動を終了させる。

115 染色 クーマシーブリアントブルーR-250 2.0gをメタ  
 116 ノール400mL及び酢酸(100)100mLに溶かし、更に水を加え  
 117 て1000mLとし、染色液とする。ゲルを取り出し、40°Cに加  
 118 温した染色液に2時間浸して染色する。

119 脱色 メタノール100mL、酢酸(100)75mLに水を加えて  
 120 1000mLとし、脱色液とする。染色液から取り出したゲルを、  
 121 脱色液に浸して脱色する。

122 (3) カリジノゲナーゼ 本品の適量に水を加え、1mL中  
 123 に約50000単位を含むように調製し、試料溶液とする。試験  
 124 管に試料溶液0.4mLを正確に入れ、pH8.2のトリス緩衝液  
 125 0.5mLを正確に加えて振り混ぜた後、37 $\pm$ 0.2°Cの恒温槽に  
 126 入れる。5分後にカリジノゲナーゼ測定用基質試液(4)0.1mL  
 127 を正確に加えて振り混ぜた後、37 $\pm$ 0.2°Cの恒温槽に戻す。  
 128 更に30分後、薄めた酢酸(100)(1 $\rightarrow$ 2)0.1mLを正確に加えて  
 129 振り混ぜたものを酵素反応液とする。別の試験管に試料溶液  
 130 0.4mLを正確に入れ、pH8.2のトリス緩衝液0.5mLを正確に  
 131 加えて振り混ぜた後、37 $\pm$ 0.2°Cの恒温槽に入れる。35分後  
 132 に薄めた酢酸(100)(1 $\rightarrow$ 2)0.1mLを正確に加えて振り混ぜた  
 133 後、更にカリジノゲナーゼ測定用基質試液(4)0.1mLを正確  
 134 に加え振り混ぜたものをブランクとする。水を対照とし、紫  
 135 外可視吸光度測定法(2.24)により酵素反応液及びブランク  
 136 の波長405nmにおける吸光度を測定し、酵素反応液の吸光  
 137 度とブランクの吸光度の差を求めるとき、0.050以下である。

138 分子量試験 本品の適量に移動相を加え、1mL中に約6500単  
 139 位を含むように調製し、試料溶液とする。別に、 $\gamma$ -グロブ  
 140 リン(分子量：160000)、ウリナスタチン試験用ウシ血清アル  
 141 ブミン(分子量：67000)及びミオグロビン(分子量：17000)  
 142 をそれぞれ1.0mgずつ量り、移動相約1mLに溶かし、分子量  
 143 標準品溶液とする。試料溶液及び分子量標準品溶液50 $\mu$ Lに  
 144 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
 145 験を行う。各分子量標準品の保持時間から、縦軸を分子量の  
 146 対数、横軸を保持時間(分)とする検量線を作成する。これに  
 147 本品の保持時間をあてて分子量を求めるとき、分子量は  
 148 67000 $\pm$ 5000である。

149 操作条件

150 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)  
 151 カラム：内径約7mm、長さ約60cmのステンレス管に10  
 152  $\sim$ 12 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲ  
 153 ルを充てんする。  
 154 カラム温度：25°C付近の一定温度  
 155 移動相：リン酸二水素カリウム16.33g及びエチレンジ  
 156 リコール124.15gを水に溶かし、1000mLとする。必  
 157 要ならば、リン酸を加えてpH4.0に調整する。  
 158 流量：ウシ血清アルブミンの保持時間が約36分になる  
 159 ように調整する。  
 160 カラムの選定：分子量標準品溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の

161 条件で操作するとき、 $\gamma$ -グロブリン、ウシ血清アル  
 162 ブミン及びミオグロビンの順に溶出し、 $\gamma$ -グロブリン  
 163 とウシ血清アルブミン、ウシ血清アルブミンとミオ  
 164 グロビンのそれぞれの分離度が1.5以上のものを用い  
 165 る。

166 抗原性試験 本品の適量に生理食塩液を加え、1mL中に15000  
 167 単位を含むように調製し、試料溶液とする。体重250 $\sim$ 300g  
 168 の栄養状態のよい健康なモルモット4匹を用い、第1日目、  
 169 第3日目及び第5日目に試料溶液0.10mLずつを腹腔内に注射  
 170 する。別に対照として、同数のモルモットに馬血清0.10mL  
 171 を腹腔内に注射する。第15日目に2匹、第22日目に残りの2  
 172 匹に、試料溶液を注射したモルモットには試料溶液0.20mL  
 173 を静脈内に注射し、同様に馬血清を注射したモルモットには  
 174 馬血清0.20mLを静脈内に注射する。

175 注射後30分間及び24時間の呼吸困難、虚脱及び致死を観  
 176 察するとき、試料溶液によって感作したモルモットは前記の  
 177 症状を示さない。

178 ただし、馬血清によって感作したモルモットの4匹の全部  
 179 が呼吸困難又は虚脱を示し、3匹以上が死亡する。

180 毒性試験 体重18 $\sim$ 25gの栄養状態のよい健康なマウス5匹を  
 181 使用し、それぞれに本品0.50mLを尾静脈内に注射するとき、  
 182 注射後48時間以内にいずれも死亡しない。注射後48時間以  
 183 内に死亡したものがあるときは、更にいまだ試験に使用して  
 184 いない体重19 $\sim$ 21gのマウス5匹につき、試験を繰り返す。  
 185 48時間以内にそのいずれもが生存する。

186 定量法 本品の適量を正確にとり、表示量に従い1mL中に約  
 187 150単位を含むようにpH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタノ  
 188 ール緩衝液を加え、試料溶液とする。ウリナスタチン標準品  
 189 にpH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタノール緩衝液を加え、  
 190 その1mL中にウリナスタチンとして正確に300, 200, 100,  
 191 50及び0単位を含むように調製し、それぞれ標準溶液とする。  
 192 pH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタノール緩衝液及びN- $\alpha$ -  
 193 ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液は、  
 194 25 $\pm$ 1°Cの恒温槽であらかじめ温めておく。試験管に各標準  
 195 溶液及び試料溶液0.1mLずつを正確にとり、それぞれに  
 196 pH7.8の2,2',2''-ニトリロトリエタノール緩衝液1.6mLを正  
 197 確に加えて振り混ぜ、25 $\pm$ 1°Cの恒温槽に入れる。pH7.8の  
 198 2,2',2''-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて1分後に、  
 199 氷冷してあるウリナスタチン試験用トリプシン試液0.2mLを  
 200 正確に加えて振り混ぜ、再び恒温槽に戻す。更に1分後、N-  
 201  $\alpha$ -ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試  
 202 液1mLを正確に加えて振り混ぜ、恒温槽に入れ反応させる。  
 203 2分後に酢酸(100)(1 $\rightarrow$ 2)0.1mLを正確に加えて反応を停止さ  
 204 せ、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により波  
 205 長405nmにおける吸光度を測定する。各標準溶液から得た  
 206 吸光度をもとに作成した検量線に試料溶液から得た吸光度を  
 207 あてて試料溶液中のウリナスタチンの単位を求める。

208 貯法

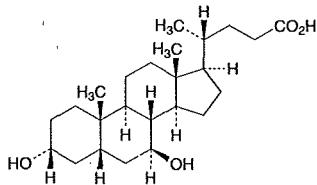
209 保存条件 -20°C以下で保存する。  
 210 容器 気密容器。

1 ウルソデオキシコール酸

1 ウルソデオキシコール酸

2 Ursodeoxycholic Acid

3 ウルソデスオキシコール酸



5 C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub> : 392.57

6 3α,7β-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid

7 [128-13-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ウルソデオキシコ  
9 ル酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は粉末で、味は苦い。

11 本品はメタノール、エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶け  
12 やすく、水にほとんど溶けない。

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

17 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +59.0~+62.0°(乾燥後, 1g, エタ  
18 ノール(99.5), 25mL, 100mm)。

19 融点(2.60) 200~204°C

20 純度試験

21 (1) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gを酢酸(100)20mLに溶かし、  
22 水を加えて200mLとし、10分間放置する。この液をろ過し、  
23 初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。試料  
24 溶液40mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これ  
25 を検液とし、試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.40mL  
26 に酢酸(100)4mL, 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする  
27 (0.048%以下)。

28 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
29 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
30 下)。

31 (3) バリウム 本品2.0gに水100mL及び塩酸2mLを加え、  
32 2分間煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液が100mLになるまで水で  
33 洗う。この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき、液は混濁し  
34 ない。

35 (4) 類縁物質 本品0.10gをとり、メタノール1mLに溶か  
36 し、アセトンを加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。  
37 この液1mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に100mL  
38 とする。この液1mL及び2mLを正確に量り、それぞれアセ  
39 トンを加えて正確に20mLとし、標準溶液(A)及び標準溶液  
40 (B)とする。別に薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコ  
41 ル酸50mgをとり、メタノール5mLに溶かし、アセトンを  
42 加えて正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、アセ  
43 トンを加えて正確に20mLとし標準溶液(1)とする。更に薄層  
44 クロマトグラフィー用リトコール酸25mgをとり、メタノー  
45 ル5mLに溶かし、アセトンを加えて正確に50mLとする。こ  
46 の液2mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に20mLとす

47 る。この液2mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に  
48 10mLとし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層ク  
49 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液、標  
50 準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(A)及び標準溶液(B)10μL  
51 ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し  
52 た薄層板にスポットする。次にイソオクタン/エタノール  
53 (99.5)/酢酸エチル/酢酸(100)混液(10:6:3:1)を展開溶  
54 媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。更に  
55 120°Cで30分間乾燥後、直ちに、リンモリブデン酸n水和物  
56 5gをエタノール(99.5)約50mLに溶かして、硫酸5mLを滴下  
57 し、更にエタノール(99.5)を加えて100mLとした液を均等に  
58 噴霧し、120°Cで3~5分間加熱するとき、標準溶液(1)及び  
59 標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液か  
60 ら得たスポットは、標準溶液(1)及び標準溶液(2)のスポット  
61 より濃くなく、試料溶液から得た主スポット及び上記のスポ  
62 ット以外のスポットは、標準溶液(B)から得たスポットより  
63 濃くない。また、試料溶液から得た主スポット及び上記のス  
64 ポット以外のスポットは、標準溶液(A)及び標準溶液(B)から  
65 得たスポットと比較して総量を求めるとき、0.25%以下であ  
66 る。

67 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

68 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

69 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール  
70 (95)40mL及び水20mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウ  
71 ム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
72 を行い、補正する。

73 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=39.26mg C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>

74 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ウルソデオキシコール酸顆粒

## 1 ウルソデオキシコール酸顆粒

2 Ursodeoxycholic Acid Granules

3 ウルソデスオキシコール酸顆粒

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>: 392.57)を含む。

6 製法 本品は「ウルソデオキシコール酸」をとり、顆粒剤の製  
7 法により製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ウルソデオキシコ  
9 ール酸」20mgに対応する量をとり、メタノール10mLを加  
10 えて20分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液4mL  
11 をとり、減圧で留去する。残留物にアセトン4mLを加え、  
12 超音波処理により分散させた後、遠心分離し、上澄液を試料  
13 溶液とする。別にウルソデオキシコール酸10mgをアセトン  
14 5mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
15 クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及  
16 び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
17 ルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオクタ  
18 ン/エタノール(99.5)/酢酸エチル/酢酸(100)混液(10:6:  
19 3:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾す  
20 る。更に120°Cで30分間乾燥後、直ちにリンモリブデン酸  
21 水和物のエタノール(99.5)溶液(1→5)を均等に噴霧し、  
22 120°Cで3~5分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポッ  
23 ト及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの  
24 R<sub>f</sub>値は等しい。

25 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
26 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間  
27 の溶出率は80%以上である。

28 本品の表示量に従いウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)約  
29 50mgに対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定され  
30 た時間に溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメン  
31 ブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次  
32 のろ液を試料溶液とする。別に定量用ウルソデオキシコール  
33 酸を105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、アセ  
34 トニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを  
35 正確に量り、試験液を加えて正確に20mLとし、標準溶液と  
36 する。試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり、次の  
37 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、  
38 それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積A<sub>T</sub>及  
39 びA<sub>S</sub>を測定する。

40 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率  
41 (%)

$$42 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 225$$

43 M<sub>S</sub>: 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

44 M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

45 C: 1g中のウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の表示量  
46 (mg)

47 試験条件

48 定量法の試験条件を準用する。

49 システム適合性

50 システムの性能: 標準溶液100μLにつき、上記の条件で  
51 操作するとき、ウルソデオキシコール酸のピークの理

52 論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以  
53 上、2.0以下である。

54 システムの再現性: 標準溶液100μLにつき、上記の条件  
55 で試験を6回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸  
56 のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

57 定量法 本品を粉末とし、ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)  
58 約0.1gに対応する量を精密に量り、内標準溶液20mLを正確  
59 に加え、10分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔  
60 径0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ  
61 液を試料溶液とする。別に定量用ウルソデオキシコール酸を  
62 105°Cで2時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、内標準溶  
63 液20mLを正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液  
64 及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
65 ィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
66 対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>  
67 を求める。

68 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$69 = M_S \times Q_T / Q_S$$

70 M<sub>S</sub>: 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

71 内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール(4→5)溶  
72 液(7→200000)

73 試験条件

74 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

75 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
76 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
77 リカゲルを充てんする。

78 カラム温度: 40°C付近の一定温度

79 移動相: 薄めたリン酸(1→500)/液体クロマトグラフ  
80 ィー用アセトニトリル混液(11:9)

81 流量: ウルソデオキシコール酸の保持時間が約6分にな  
82 るように調整する。

83 システム適合性

84 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
85 操作するとき、ウルソデオキシコール酸、内標準物質  
86 の順に溶出し、その分離度は8以上である。

87 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
88 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
89 に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比の  
90 相対標準偏差は1.0%以下である。

91 貯法 容器 気密容器。

# 1 ウルソデオキシコール酸錠

## 1 ウルソデオキシコール酸錠

2 Ursodeoxycholic Acid Tablets  
3 ウルソデスオキシコール酸錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>: 392.57)を含む。

6 製法 本品は「ウルソデオキシコール酸」をとり、錠剤の製法  
7 により製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ウルソデオキシコ  
9 ール酸」20mgに対応する量を取り、メタノール10mLを加  
10 えて20分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液4mL  
11 をとり、減圧で留去する。残留物にアセトン4mLを加え、  
12 超音波処理により分散させた後、遠心分離し、上澄液を試料  
13 溶液とする。別にウルソデオキシコール酸10mgをアセトン  
14 5mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
15 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
16 び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
17 ルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオクタ  
18 ン/エタノール(99.5)/酢酸エチル/酢酸(100)混液(10:6:  
19 3:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾す  
20 る。更に120℃で30分間乾燥後、直ちにリンモリブデン酸n  
21 水和物のエタノール(99.5)溶液(1→5)を均等に噴霧し、  
22 120℃で3~5分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポ  
23 ット及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの  
24 R<sub>f</sub>値は等しい。

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

27 本品1個をとり、1mL中にウルソデオキシコール酸  
28 (C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)約5mgを含む液となるように内標準溶液V mLを  
29 正確に加え、超音波処理により分散させ、更に10分間振り  
30 混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔径0.45μm以下のメン  
31 ブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。以下定  
32 量法を準用する。

33 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)  
34 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$$

35 M<sub>S</sub>: 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

36 内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール(4→5)溶  
37 液(7→200000)

38 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
39 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、50mg錠の30分  
40 間の溶出率は80%以上であり、100mg錠の45分間の溶出率  
41 は70%以上である。

42 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
43 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
44 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
45 正確に量り、表示量に従い1mL中にウルソデオキシコール  
46 酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正  
47 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用ウルソデオ  
48 キシコール酸を105℃で2時間乾燥し、その約22mgを精密に  
49 量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。こ  
50 の液5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20mLとし、  
51 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確に

52 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
53 験を行い、それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク  
54 面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

55 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率  
56 (%)

$$57 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 225$$

58 M<sub>S</sub>: 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

59 C: 1錠中のウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の表示量  
60 (mg)

61 試験条件

62 定量法の試験条件を準用する。

63 システム適合性

64 システムの性能: 標準溶液100μLにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、ウルソデオキシコール酸のピークの理  
66 論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以  
67 上、2.0以下である。

68 システムの再現性: 標準溶液100μLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸  
70 のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

71 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
72 とする。ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)約0.1gに対応す  
73 る量を精密に量り、内標準溶液20mLを正確に加え、10分間  
74 振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔径0.45μm以下の  
75 メンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とす  
76 る。別に定量用ウルソデオキシコール酸を105℃で2時間乾  
77 燥し、その約0.1gを精密に量り、内標準溶液20mLを正確に  
78 加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
79 10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
80 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するウルソデ  
81 オキシコール酸のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

82 ウルソデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)  
83 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

84 M<sub>S</sub>: 定量用ウルソデオキシコール酸の秤取量(mg)

85 内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール(4→5)溶  
86 液(7→200000)

87 試験条件

88 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 210nm)

89 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
90 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
91 リカゲルを充てんする。

92 カラム温度: 40℃付近の一定温度

93 移動相: 薄めたリン酸(1→500)/液体クロマトグラフ  
94 ー用アセトニトリル混液(11: 9)

95 流量: ウルソデオキシコール酸の保持時間が約6分にな  
96 るように調整する。

97 システム適合性

98 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
99 操作するとき、ウルソデオキシコール酸、内標準物質  
100 の順に溶出し、その分離度は8以上である。

101 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
102 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

## 2 ウルソデオキシコール酸錠

- 103 に対するウルソデオキシコール酸のピーク面積の比の  
104 相対標準偏差は1.0%以下である。  
105 貯法 容器 気密容器。

## 1 ウロキナーゼ

2 Urokinase

3 [9010-53-1]

4 本品はヒト尿から得たもので、プラスミノーゲンを活性化  
5 する作用のある分子量約54000の酵素である。

6 本品は適当な緩衝液を溶媒とした液である。

7 本品は定量するとき、1mL中に60000単位以上を含み、たん  
8 白質1mg当たり120000単位以上を含む。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 本品のpHは5.5~7.5である。

## 11 確認試験

12 (1) フィブリノーゲン0.07gをpH7.4のリン酸塩緩衝液  
13 10mLに溶かす。この液に、トロンビンを生理食塩液に溶か  
14 して1mL中に10単位を含むように調製した液1mLを加えて  
15 混和し、内径約90mmのシャーレに入れ、液が凝固するまで  
16 水平に静置する。この表面に、本品にゼラチン・トリス緩衝  
17 液を加えて1mL中に100単位を含むように調製した液10 $\mu$ L  
18 を滴加し、一夜静置するとき、溶解円を生じる。

19 (2) カンテン末1.0gをpH8.4のホウ酸・水酸化ナトリウム  
20 緩衝液100mLに加温して溶かし、シャーレに液の深さが約  
21 2mmになるように入れる。冷後、直径2.5mmの2個の穴を  
22 6mmの間隔で作る。それぞれの穴に、本品に生理食塩液を  
23 加えて1mL中に30000単位を含むように調製した液10 $\mu$ L及  
24 び抗ウロキナーゼ血清10 $\mu$ Lを別々に入れ、一夜静置する  
25 とき、明瞭な沈降線を生じる。

## 26 純度試験

27 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0mLをとり、第2法により操作  
28 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
29 (10ppm以下)。

30 (2) 血液型物質 本品に生理食塩液を加えて1mL中に  
31 12000単位を含むように調製し、試料溶液とする。抗A血液  
32 型判定用抗体に生理食塩液を加え、それぞれ32倍、64倍、  
33 128倍、256倍、512倍及び1024倍に薄め、V字型96穴マイ  
34 クロプレートの第1列及び第2列の6穴に、それぞれ25 $\mu$ Lづ  
35 つを別々に入れる。次に第1列の6穴に試料溶液25 $\mu$ Lづつを  
36 加え、第2列の6穴に生理食塩液25 $\mu$ Lづつを加える。振り混  
37 ぜて30分間放置した後、更に各穴にA型赤血球浮遊液50 $\mu$ L  
38 づつを加えて振り混ぜ、2時間静置する。両列の赤血球の凝  
39 集を比較するとき、凝集を示す穴の抗A抗体の希釈倍数は等  
40 しい。

41 抗B血液型判定用抗体及びB型赤血球浮遊液を用いて同様  
42 の試験を行う。

43 異常毒性否定試験 本品の適量を取り、生理食塩液を加えて、  
44 1mL中に12000単位を含むように調製し、試料溶液とする。  
45 体重約350gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使  
46 用し、1匹当たり試料溶液5.0mLづつを腹腔内に注射し、7  
47 日間以上観察するとき、いずれも異常を示さない。

48 高分子量ウロキナーゼ 本品にゼラチン・リン酸塩緩衝液を加  
49 えて1mL中に10000単位を含むように調製し、試料溶液とす  
50 る。試料溶液100 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
51 イー (2.01) により試験を行う。保持時間35分付近に近接し

52 て現れる2つのピークのうち、保持時間の小さいほうのピー  
53 ク面積 $A_a$ 及び保持時間の大きいほうのピーク面積 $A_b$ を自動  
54 面積積分法により測定するとき、 $A_a/(A_a+A_b)$ は0.85以上で  
55 ある。

## 56 操作条件

57 装置：移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、反応  
58 試薬送液用ポンプ、反応コイル、反応槽、蛍光光度計  
59 及び記録装置を用い、カラムの移動相出口に3方管  
60 を付け、反応試薬送液用ポンプ及び反応コイルに連結し、  
61 反応コイル出口を蛍光光度計に連結する。

62 検出器：蛍光光度計(励起波長：365nm、蛍光波長：  
63 460nm)

64 カラム：内径約7.5mm、長さ約60cmのステンレス管に  
65 充てん剤として10~12 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー  
66 用多孔質シリカゲルを充てんする。

67 カラム温度：20℃付近の一定温度

68 反応コイル：内径0.25mm、長さ150cmのステンレス管

69 反応コイル温度：37℃

70 移動相：ゼラチン・リン酸塩緩衝液

71 移動相流量：毎分0.5mL

72 反応試薬：7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルア  
73 ミノ)-4-メチルクマリン試液

74 反応試薬流量：毎分0.75mL

75 カラムの選定：本品に水酸化ナトリウム試液を加えて  
76 pH7.5に調整した後、37℃で24時間以上放置する。  
77 これにゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
78 20000単位を含むように調製する。この液100 $\mu$ Lにつ  
79 き、上記の条件で操作するとき、分子量54000の高分  
80 子量ウロキナーゼ、分子量33000の低分子量ウロキナ  
81 ーゼの順に溶出し、その分離度が1.0以上のものを用  
82 いる。

## 83 定量法

84 (1) ウロキナーゼ 本品1mLを正確に量り、ゼラチン・  
85 トリス緩衝液を加えて1mL中に約30単位を含むように正確  
86 に薄め、試料溶液とする。高分子量ウロキナーゼ標準品1ア  
87 ンプルの全量にゼラチン・トリス緩衝液2mLを正確に加  
88 えて溶かし、その1mLを正確に量り、ゼラチン・トリス緩衝  
89 液を加えて1mL中に約30単位を含むように正確に薄め、標  
90 準溶液とする。L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニ  
91 ン-p-ニトロアニリン塩酸塩試液1.0mLづつを、内径約  
92 10mmのシリコンコート処理した試験管2本に入れ、35 $\pm$   
93 0.2℃の水浴中で5分間加温した後、試料溶液及び標準溶液  
94 0.50mLを別々に加え、35 $\pm$ 0.2℃で正確に30分加温し、薄  
95 めた酢酸(100)(2 $\rightarrow$ 5)0.50mLづつを加える。これらの液につ  
96 き、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試  
97 験を行い、波長405nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。  
98 別にL-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-p-ニ  
99 トロアニリン塩酸塩試液1.0mLづつを試験管2本に入れ、薄  
100 めた酢酸(100)(2 $\rightarrow$ 5)0.50mLづつを加えた後、試料溶液及び標  
101 準溶液0.50mLを別々に加える。これらの液につき、水を対  
102 照とし、同様に波長405nmにおける吸光度 $A_{T0}$ 及び $A_{S0}$ を測  
103 定する。

104 ウロキナーゼの量(単位)=( $A_T - A_{T0}$ )/( $A_S - A_{S0}$ )  $\times a \times b$



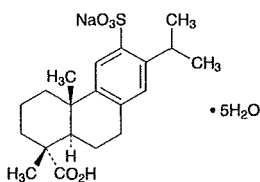
## 2 ウロキナーゼ

- 105 a: 標準溶液1mL中のウロキナーゼの量(単位)
- 106 b: 試料溶液を製したときの全容量(mL)
- 107 (2) たん白質 本品のたん白質約15mgに相当する容量を
- 108 正確に量り, 窒素定量法 (1.08) により試験を行う.
- 109 0.005mol/L硫酸1mL=0.8754mgたん白質
- 110 貯法
- 111 保存条件 -20°C以下で保存する.
- 112 容器 気密容器.

1 エカベトナトリウム水和物

2 Ecabet Sodium Hydrate

3 エカベトナトリウム



5  $C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$  : 492.56

6 (1R,4aS,10aS)-1,4a-Dimethyl-7-(1-methylethyl)-

7 6-sodiosulfonato-1,2,3,4,4a,9,10,10a-

8 octahydrophenanthrene-1-carboxylic acid pentahydrate

9 [219773-47-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、エカベトナ  
11 トリウム( $C_{20}H_{27}NaO_5S$  : 402.48)98.5~101.5%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶である。

13 本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノール(99.5)  
14 に溶けにくい。

15 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

16 本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは約3.5である。

17 確認試験

18 (1) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(3→10000)につ  
19 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを  
20 測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較す  
21 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
22 の吸収を認める。

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

27 (3) 本品1gを磁製るつぼにとり、炭化する。冷後、硝酸  
28 0.5mLを加え、徐々に加熱して灰化した後、残留物を水  
29 10mLに溶かした液はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈す  
30 る。

31 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +69~+76°(脱水物に換算したもの  
32 0.25g, メタノール, 25mL, 100mm)。

33 純度試験

34 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
36 下)。

37 (2) 類縁物質 本品10mgを移動相10mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正  
39 確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加え  
40 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
41 溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
42 フィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピ  
43 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエカ  
44 ベト以外のピークの面積は、標準溶液のエカベトのピーク面  
45 積より大きくない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光度計(測定波長：225nm)

48 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
49 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
50 リカゲルを充てんする。

51 カラム温度：40℃付近の一定温度

52 移動相：0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸  
53 を加えてpH3.0に調整する。この液730mLにアセト  
54 ニトリル270mLを加える。

55 流量：エカベトの保持時間が約8分になるように調整す  
56 る。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエカベトの保持時  
58 間の約2倍の範囲

59 システム適合性

60 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、エカベトのピークの理論段数及びシン  
62 メトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下であ  
63 る。

64 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、エカベトのピーク面積の  
66 相対標準偏差は2.0%以下である。

67 (3) 残留溶媒 別に規定する。

68 水分 (2.48) 17.3~19.2%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

69 定量法 本品約1.2gを精密に量り、メタノール30mLに溶かし、  
70 水30mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50)  
71 する(指示薬：フェノールフタレイン試液4滴)。同様の方法  
72 で空試験を行い、補正する。

73 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=40.25mg  $C_{20}H_{27}NaO_5S$

74 貯法 容器 密閉容器。

## 1 エカベトナトリウム顆粒

## 2 Ecabet Sodium Granules

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 エカベトナトリウム水和物(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・5H<sub>2</sub>O：492.56)  
5 を含む。

6 製法 本品は「エカベトナトリウム水和物」をとり、顆粒剤の  
7 製法により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「エカベトナトリウム水和物」  
9 50mgに対応する量を取り、希水酸化ナトリウム試液25mL  
10 を加えて振り混ぜ、ろ過する。初めのろ液10mLを除き、次  
11 のろ液3mLをとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて20mL  
12 とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
13 スペクトルを測定するとき、波長269～273nm及び278～  
14 282nmに吸収の極大を示す。

15 製剤均一性(6.02) 分包したものは、次の方法により含量均  
16 一性試験を行うとき、適合する。

17 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、希水酸化ナト  
18 リウム試液70mLを加え、時々振り混ぜながら、5分間超音  
19 波処理を行った後、1mL中にエカベトナトリウム水和物  
20 (C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・5H<sub>2</sub>O)約10mgを含む液となるように希水酸  
21 化ナトリウム試液を加えて正確にV mLとし、ろ過する。初  
22 めのろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、水を加  
23 えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に定量用エカベ  
24 トナトリウム水和物(別途「エカベトナトリウム水和物」と  
25 同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約20mgを精密に  
26 量り、希水酸化ナトリウム試液2mLに溶かした後、水を加  
27 えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
28 溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
29 により試験を行い、波長271nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を  
30 測定する。

31 エカベトナトリウム水和物(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・5H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
32  $=M_S \times A_T / A_S \times V / 2 \times 1.224$

33 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物  
34 の秤取量(mg)

35 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
36 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
37 80%以上である。

38 本品の表示量に従い「エカベトナトリウム水和物」約1g  
39 に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間  
40 に溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブラン  
41 フィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
42 2mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液  
43 とする。別に定量用エカベトナトリウム水和物(別途「エカ  
44 ベトナトリウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定  
45 しておく)約22mgを精密に量り、メタノール1mLに溶かした  
46 後、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
47 溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測  
48 定法(2.24)により試験を行い、波長271nmにおける吸光度  
49 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

50 エカベトナトリウム水和物(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・5H<sub>2</sub>O)の表示量  
51 に対する溶出率(%)

$$52 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 4500 \times 1.224$$

53 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物  
54 の秤取量(mg)

55 M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

56 C: 1g中のエカベトナトリウム水和物(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・  
57 5H<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

58 定量法 本品のエカベトナトリウム水和物(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・  
59 5H<sub>2</sub>O)約30mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液5mL  
60 を正確に加えた後、薄めたメタノール(1→2)25mLを加えて  
61 20分間激しく振り混ぜ、孔径0.45μm以下のメンブランフィ  
62 ルターでろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液3mL  
63 を量り、移動相を加えて50mLとし、試料溶液とする。別に  
64 定量用エカベトナトリウム水和物(別途「エカベトナトリウ  
65 ム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
66 30mgを精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、薄めた  
67 メタノール(1→2)に溶かし、30mLとする。この液3mLを量  
68 り、移動相を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
69 及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
70 ィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
71 対するエカベトのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

72 エカベトナトリウム水和物(C<sub>20</sub>H<sub>27</sub>NaO<sub>5</sub>S・5H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
73  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.224$

74 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用エカベトナトリウム水和物  
75 の秤取量(mg)

76 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノー  
77 ル(1→2)溶液(3→400)

78 試験条件

79 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 225nm)

80 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
81 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
82 リカゲルを充てんする。

83 カラム温度: 40℃付近の一定温度

84 移動相: 0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸  
85 を加えてpH3.0に調整する。この液730mLにアセト  
86 ニトリル270mLを加える。

87 流量: エカベトの保持時間が約8分になるように調整す  
88 る。

89 システム適合性

90 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
91 操作するとき、エカベト、内標準物質の順に溶出し、  
92 その分離度は6以上である。

93 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
95 に対するエカベトのピーク面積の比の相対標準偏差は  
96 1.0%以下である。

97 貯法 容器 密閉容器。

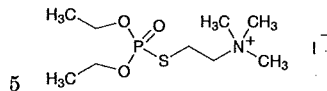
1 エコチオパートヨウ化物

1 エコチオパートヨウ化物

2 Ecothiopate Iodide

3 ヨウ化エコチオパート

4 ヨウ化エコチオフエイト



6  $C_9H_{23}INO_3PS$  : 383.23

7 2-(Diethoxyphosphorylsulfanyl)-N,N,N-

8 trimethylethylaminium iodide

9 [513-10-0]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、エコチオパ  
11 ートヨウ化物( $C_9H_{23}INO_3PS$ )95.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
14 エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど  
15 溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品0.1gを水2mLに溶かし、硝酸1mLを加えるとき、  
18 褐色の沈殿を生じる。また、この沈殿を含む混濁液1滴をと  
19 り、ヘキサン1mLを加えて振り混ぜるとき、ヘキサン層は  
20 淡赤色を呈する。

21 (2) (1)で得られた沈殿を含む混濁液を無色になるまで加  
22 熱し、冷後、水10mLを加え、試料溶液とする。試料溶液  
23 2mLはリン酸塩の定性反応(2) (1.09)を呈する。

24 (3) (2)で得られた試料溶液2mLは硫酸塩の定性反応  
25 (1.09)を呈する。

26 pH (2.54) 本品0.10gを水40mLに溶かした液のpHは3.0~  
27 5.0である。

28 融点 (2.60) 116~122°C

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
31 明である。

32 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをケルダールフラスコに入  
33 れ、硝酸5mL及び硫酸2mLを加え、フラスコの口に小漏斗  
34 をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸  
35 2mLを加えて加熱する。これを2回繰り返す、更に過酸化水  
36 素(30)2mLずつを数回加えて、液が無色となり、白煙が発生  
37 するまで加熱する。冷後、少量の水と共にネスラー管に移し、  
38 更に水を加えて約20mLとする。アンモニア水(28)及びアン  
39 モニア試液を加えてpH3.0~3.5に調整し、水を加えて50mL  
40 とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は検液の調製  
41 法と同様に操作し、鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLと  
42 する(20ppm以下)。

43 (3) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、  
44 試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、メタノールを  
45 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
46 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03)により試験を行う。  
47 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
48 用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
49 1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:2:1)を展開溶媒と

50 して約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用  
51 ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から  
52 得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポッ  
53 トより濃くない。

54 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 50°C,  
55 3時間)。

56 定量法 本品約0.125gを精密に量り、水に溶かし、正確に  
57 100mLとする。この液10mLを正確に量り、水30mLを加え、  
58 更にpH12のリン酸塩緩衝液10mLを正確に加え、栓をして  
59 25±3°Cに20分間放置する。この液に酢酸(100)2mLをすば  
60 やく加えた後、0.002mol/Lヨウ素液で滴定 (2.50)する(電位  
61 差滴定法)。同様な方法でpH12のリン酸塩緩衝液を加えずに  
62 試験を行い、補正する。

63 0.002mol/Lヨウ素液1mL=1.533mg  $C_9H_{23}INO_3PS$

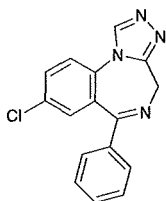
64 貯法

65 保存条件 遮光して、0°C以下で保存する。

66 容器 気密容器。

## 1 エスタゾラム

## 2 Estazolam



3

4  $C_{16}H_{11}ClN_4$ : 294.74

5 8-Chloro-6-phenyl-4H-

6 [1,2,4]triazolo[4,3-a][1,4]benzodiazepine

7 [29975-16-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エスタゾラム  
9 ( $C_{16}H_{11}ClN_4$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、にお  
11 いはなく、味は苦い。

12 本品はメタノール又は無水酢酸にやや溶けやすく、エタノ  
13 ール(95)にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほと  
14 んど溶けない。

## 15 確認試験

16 (1) 本品0.01gを硫酸3mLに溶かし、この液に紫外線(主波  
17 長365nm)を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

18 (2) 本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、紫外  
19 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
21 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
22 認める。

23 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
24 色を呈する。

25 融点(2.60) 229～233°C

## 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
28 液は無色澄明である。

29 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gにエタノール(95)10mLを加  
30 え、加熱して溶かし、水40mLを加え、氷水中で振り混ぜな  
31 がら冷却した後、常温になるまで放置し、ろ過する。ろ液  
32 30mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
33 れを検液とし、試験を行う。比較液には、0.01mol/L塩酸  
34 0.25mL及びエタノール(95)6mLを加える(0.015%以下)。

35 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
37 下)。

38 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 (5) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、  
41 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
42 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
43 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
44 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
45 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ

46 トする。次にヘキサン/クロロホルム/メタノール混液(5:  
47 3:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
48 る。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液  
49 から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たス  
50 ポットより濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(2g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、無水酢酸  
54 100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
55 差滴定法)。ただし、滴定の終点は第二当量点とする。同様  
56 の方法で空試験を行い、補正する。

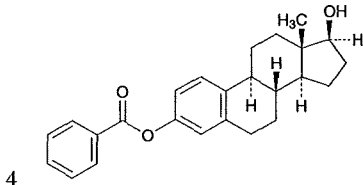
57 0.1mol/L過塩素酸1mL=14.74mg  $C_{16}H_{11}ClN_4$

58 貯法 容器 密閉容器。

1 エストラジオール安息香酸エステル

2 Estradiol Benzoate

3 安息香酸エストラジオール



5  $C_{25}H_{28}O_3$  : 376.49

6 Estra-1,3,5(10)-triene-3,17β-diol 3-benzoate

7 [50-50-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エストラジオール安  
9 息香酸エステル( $C_{25}H_{28}O_3$ )97.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

11 本品はアセトンにやや溶けにくく、メタノール、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、液は帯黄緑色を呈し、青色の蛍光を発する。この液に注意して水2mLを追加するとき、うすいだいだい色に変わる。

18 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストラジオール安息香酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

23 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +54~+58°(乾燥後, 0.1g, アセトン, 10mL, 100mm)。

25 融点(2.60) 191~198°C

26 純度試験

27 (1) 3,17α-エストラジオール 本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品5.0mgずつをとり、それぞれをアセトンに溶かし、正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2mLずつを共栓試験管に正確に量り、沸騰石を入れ、水浴中で加熱してアセトンを蒸発し、デシケーター(減圧, 酸化リン(V))で1時間乾燥する。それぞれに希鉄・フェノール試液1.0mLを加え、ゆるく栓をして水浴中で30秒間加熱した後、水浴中で数秒間振り動かし、更に2分間加熱する。次に2分間氷冷した後、薄めた硫酸(7→20)4.0mLを加え、よく混和するとき、試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない。

38 (2) 類縁物質 本品40mgをアセトン2mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ジエチルアミン混液(19:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポ

47 ット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

49 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.1g)。

52 定量法 本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品を乾燥し、その約10mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に20mLとする。この液5mLを正確に量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて20mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

61 エストラジオール安息香酸エステル( $C_{25}H_{28}O_3$ )の量(mg)

62 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

63  $M_S$  : エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量(mg)

65 内標準溶液 プロゲステロンのメタノール溶液(13→80000)

66 試験条件

67 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

69 カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

72 カラム温度 : 35°C付近の一定温度

73 移動相 : アセトニトリル/水混液(7 : 3)

74 流量 : エストラジオール安息香酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する。

76 システム適合性

77 システムの性能 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、エストラジオール安息香酸エステルの順に溶出し、その分離度は9以上である。

80 システムの再現性 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

84 貯法

85 保存条件 遮光して保存する。

86 容器 気密容器。

1 エストラジオール安息香酸エステル注射液

1 エストラジオール安息香酸エステル注射液

2 液  
3 Estradiol Benzoate Injection  
4 安息香酸エステル注射液

5 本品は油性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
7 エストラジオール安息香酸エステル(C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>: 376.49)を含  
8 む。

9 製法 本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり、  
10 注射剤の製法により製する。

11 性状 本品は澄明な油液である。

12 確認試験 本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エ  
13 ステル」1mgに対応する容量をとり、クロロホルムを加えて  
14 5mLとし、試料溶液とする。別にエストラジオール安息香  
15 酸エステル標準品1mgをクロロホルム5mLに溶かし、標準  
16 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
17 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液50μLずつ  
18 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
19 て調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタンを展  
20 開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。更に  
21 クロロホルム/メタノール混液(99:1)を展開溶媒として約  
22 15cm展開した後、薄層板を風乾する。これらに紫外線(主波  
23 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及  
24 び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

25 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

26 定量法 本品のエストラジオール安息香酸エステル(C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>)  
27 約10mgに対応する容量を正確に量り、分液漏斗に入れ、薄  
28 めたメタノール(9→10)を飽和したヘキサン30mLを加え、  
29 ヘキサンを飽和した薄めたメタノール(9→10)15mLずつで5  
30 回抽出する。抽出液は薄めたメタノール(9→10)10mLで洗  
31 ったろ紙を用いてろ過し、ろ液にメタノールを加えて正確に  
32 200mLとし、試料溶液とする。別にエストラジオール安息  
33 香酸エステル標準品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で4  
34 時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、メタノールに溶か  
35 し、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、メタ  
36 ノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶  
37 液及び標準溶液2mLずつを正確に量り、それぞれ遮光した  
38 20mLのメスフラスコに入れ、水浴上で空気を送りながら蒸  
39 発乾固する。残留物をメタノール1mLに溶かし、更にホウ  
40 酸・メタノール緩衝液10mLを加えて振り混ぜた後、還流冷  
41 却器を付けて30分間煮沸する。冷後、ホウ酸・メタノール  
42 緩衝液5mLを加え、振り混ぜた後、氷冷する。それぞれの  
43 液に氷冷したジアゾ試液2mLを速やかに加え、激しく振り  
44 混ぜた後、水酸化ナトリウム試液2mLを加え、更に水を加  
45 えて20mLとし、振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液3mL  
46 を除き、次のろ液につき、メタノール2mLを用いて同様に  
47 操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)  
48 により試験を行う。層長4cmのセルを用い、試料溶液及び標  
49 準溶液から得たそれぞれの液の波長490nmにおける吸光度  
50 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

51 エストラジオール安息香酸エステル(C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)  
52  $= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

53 M<sub>S</sub>: エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量  
54 (mg)

55 貯法 容器 密封容器。

1 エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液

1 エストラジオール安息香酸エステル水性  
2 懸濁注射液

3 Estradiol Benzoate Injection(Aqueous Suspension)

4 安息香酸エステル水性懸濁注射液

5 本品は水性の懸濁注射剤である。

6 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
7 エストラジオール安息香酸エステル(C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>：376.49)を含  
8 む。

9 製法 本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり、  
10 注射液の製法により製する。

11 性状 本品は振り混ぜるとき、白濁する。

12 確認試験 本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エ  
13 ステル」1mgに対応する容量をとり、クロロホルム5mLで  
14 抽出した液を試料溶液とする。別にエストラジオール安息香  
15 酸エステル標準品1mgをクロロホルム5mLに溶かし、標準  
16 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
17 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液50μLずつ  
18 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
19 て調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタ  
20 ノール混液(99：1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄  
21 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射すると  
22 き、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポ  
23 ットのR<sub>f</sub>値は等しい。

24 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

25 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、たやすく検  
26 出される異物を認めない。

27 無菌 (4.06) 直接法により試験を行うとき、適合する。

28 定量法 本品をよく振り混ぜ、エストラジオール安息香酸エ  
29 テル(C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>)約2mgに対応する容量を正確に量り、メタノ  
30 ールを加えて結晶を溶かし、正確に20mLとする。この液  
31 10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、  
32 メタノールを加えて100mLとし、試料溶液とする。別にエ  
33 ストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター(減  
34 圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約10mgを精密に量  
35 り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液  
36 10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、  
37 メタノールを加えて100mLとし、標準溶液とする。以下  
38 「エストラジオール安息香酸エステル」の定量法を準用する。

39 エストラジオール安息香酸エステル(C<sub>25</sub>H<sub>28</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)

$$40 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

41 M<sub>S</sub>：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量  
42 (mg)

43 内標準溶液 プロゲステロンのメタノール溶液(13→  
44 100000)

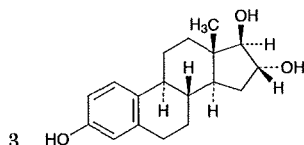
45 貯法 容器 密封容器。



1 エストリオール

1 エストリオール

2 Estriol



4  $C_{18}H_{24}O_3$  : 288.38

5 Estra-1,3,5(10)-triene-3,16 $\alpha$ ,17 $\beta$ -triol

6 [50-27-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、エストリオール  
8 ( $C_{18}H_{24}O_3$ )97.0~102.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

10 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)又は  
11 1,4-ジオキササンに溶けにくく、水又はジエチルエーテルに  
12 ほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品0.01gをエタノール(95)100mLに加温して溶かし、  
15 試料溶液とする。この液1mLを水浴上で蒸発乾固し、これ  
16 に*p*-フェノールスルホン酸ナトリウムのリン酸溶液(1→  
17 50)5mLを加え、150°Cで10分間加熱し、冷却するとき、液  
18 は赤紫色を呈する。

19 (2) (1)の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)  
20 により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の  
21 参照スペクトル又はエストリオール標準品について同様に操  
22 作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクト  
23 ルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
25 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
26 本品の参照スペクトル又は乾燥したエストリオール標準品の  
27 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
28 ところに同様の強度の吸収を認める。

29 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +54~+62°(乾燥後、40mg, 1,4-  
30 ジオキササン, 10mL, 100mm).

31 融点 (2.60) 281~286°C

32 純度試験

33 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
35 下)。

36 (2) 類縁物質 本品40mgをエタノール(95)10mLに加温し  
37 て溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エ  
38 タノール(95)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
39 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
40 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
41 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
42 する。次にクロロホルム/メタノール/アセトン/酢酸  
43 (100)混液(18 : 1 : 1 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した  
44 後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸(1→2)を均等に噴  
45 霧した後、105°Cで15分間加熱するとき、試料溶液から得た  
46 主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットよ  
47 り濃くない。

48 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g, 105°C, 3時間)。

49 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

50 定量法 本品及びエストリオール標準品を乾燥し、その約  
51 25mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、  
52 正確に50mLとする。この液10mLずつを正確に量り、それ  
53 ぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加  
54 えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液  
55 及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
56 ィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
57 対するエストリオールのピーク面積の比 $Q_1$ 及び $Q_2$ を求める。

58 エストリオール( $C_{18}H_{24}O_3$ )の量(mg) =  $M_s \times Q_1 / Q_2$

59  $M_s$  : エストリオール標準品の秤取量(mg)

60 内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメタ  
61 ノール溶液(1→1000)

62 試験条件

63 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 280nm)

64 カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
65 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
66 リカゲルを充てんする。

67 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

68 移動相 : 水/メタノール混液(51 : 49)

69 流量 : エストリオールの保持時間が約10分になるよう  
70 に調整する。

71 システム適合性

72 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
73 操作するとき、エストリオール、内標準物質の順に溶  
74 出し、その分離度は8以上である。

75 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
76 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
77 に対するエストリオールのピーク面積の比の相対標準  
78 偏差は1.0%以下である。

79 貯法 容器 気密容器。

## 1 エストリオール錠

## 2 Estriol Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>: 288.38)を含む。

5 製法 本品は「エストリオール」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エストリオール」  
9 2mgに対応する量を取り、エタノール(95)20mLを加え、10  
10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
11 試料溶液につき、「エストリオール」の確認試験(1)を準用  
12 する。

13 (2) (1)の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
14 により吸収スペクトルを測定するとき、波長279～283nmに  
15 吸収の極大を示す。

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

18 本品1個をとり、水5mLを正確に加え、超音波を用いて粒  
19 子を小さく分散させた後、メタノール15mLを正確に加え、  
20 15分間振り混ぜる。この液を10分間遠心分離し、上澄液一  
21 定量を正確に量り、1mL中にエストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)約  
22 5μgを含む液となるようにメタノールを加え、正確に一定量  
23 とする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確  
24 に加え試料溶液とする。試料溶液20μLにつき、以下「エス  
25 トリオール」の定量法を準用する。ただし、内標準溶液はエ  
26 ストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液(1→  
27 40000)とする。試料10個の個々のピーク面積の比から平均  
28 値を計算するとき、その値と個々のピーク面積の比との偏差  
29 (%)が15%以内のときは適合とする。また、偏差(%)が15%  
30 を超え、25%以内のものが1個のときは、新たに試料20個を  
31 とって試験を行う。2回の試験の合計30個の平均値と個々の  
32 ピーク面積の比との偏差(%)を計算するとき、15%を超え、  
33 25%以内のものが1個以下で、かつ25%を超えるものがない  
34 ときは適合とする。

35 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、バドル法により毎  
36 分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は80%  
37 以上である。

38 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
39 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
40 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
41 確に量り、表示量に従い1mL中にエストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)  
42 約0.1μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、  
43 試料溶液とする。別にエストリオール標準品を105℃で3時  
44 間乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
45 正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加え  
46 て正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加  
47 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
48 準溶液100μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
49 ラフィー(2.01)により試験を行い、エストリオールのピー  
50 ク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

51 エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$52 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 10$$

53 M<sub>S</sub>: エストリオール標準品の秤取量(mg)

54 C: 1錠中のエストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

## 55 試験条件

56 「エストリオール」の定量法の試験条件を準用する。

## 57 システム適合性

58 「エストリオール」の定量法のシステム適合性を準用す  
59 る。

60 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
61 とする。エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)約1mgに対応する量を精  
62 密に量り、水5mLを正確に加え、超音波を用いて粒子を小  
63 さく分散させた後、メタノール25mLを加えて10分間振り混  
64 ぜた後、遠心分離し、上澄液をとる。更にメタノール25mL  
65 を加え、同様の操作を2回繰り返し、上澄液を合わせ、内標  
66 準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて100mL  
67 とし、試料溶液とする。別にエストリオール標準品を105℃  
68 で3時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、メタノールに  
69 溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、  
70 内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて  
71 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
72 につき、以下「エストリオール」の定量法を準用する。

73 エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)

$$74 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 25$$

75 M<sub>S</sub>: エストリオール標準品の秤取量(mg)

76 内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメ  
77 ノール溶液(1→5000)

78 貯法 容器 気密容器。

1 エストリオール水性懸濁注射液

2 Estriol Injection(Aqueous Suspension)

3 本品は水性の懸濁注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
5 エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub> : 288.38)を含む。

6 製法 本品は「エストリオール」をとり、注射剤の製法により  
7 製する。

8 性状 本品は振り混ぜるとき、白濁する。

9 確認試験

10 (1) 本品をよく振り混ぜ、表示量に従い「エストリオール」  
11 2mgに対応する容量をとり、エタノール(95)を加えて  
12 20mLとし、試料溶液とする。試料溶液につき、「エストリ  
13 オール」の確認試験(1)を準用する。

14 (2) (1)の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)  
15 により吸収スペクトルを測定するとき、波長279～283nmに  
16 吸収の極大を示す。

17 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

18 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、たやすく検  
19 出される異物を認めない。

20 無菌 (4.06) 直接法により試験を行うとき、適合する。

21 定量法 本品をよく振り混ぜ、エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)約  
22 5mgに対応する容量を正確に量り、メタノールに溶かし、正  
23 確に20mLとする。この液4mLを正確に量り、内標準溶液  
24 5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて50mLとし、試  
25 料溶液とする。別にエストリオール標準品を105℃で3時間  
26 乾燥し、その約25mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
27 正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、内標準溶  
28 液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて50mLとし、  
29 標準溶液とする。以下「エストリオール」の定量法を準用す  
30 る。

31 エストリオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)

$$32 = M_s \times Q_r / Q_s \times 1/5$$

33  $M_s$  : エストリオール標準品の秤取量(mg)

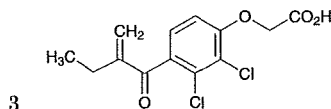
34 内標準溶液 エストリオール試験用安息香酸メチルのメタ  
35 ノール溶液(1→5000)

36 貯法 容器 密封容器。

1 エタクリン酸

1 エタクリン酸

2 Etacrylic Acid



4  $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$  : 303.14

5 [2,3-Dichloro-4-(2-ethylacryloyloxy)phenoxy]acetic acid

6 [58-54-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、エタクリン酸  
8 ( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわず  
10 かに苦い。

11 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(95)、  
12 酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に極めて  
13 溶けにくい。

14 確認試験

15 (1) 本品0.2gを酢酸(100)10mLに溶かし、この液5mLを  
16 とり、臭素試液0.1mLを加えるとき、試液の色は消える。ま  
17 た、残りの5mLに過マンガン酸カリウム試液0.1mLを加え  
18 るとき、試液の色は直ちにうすいだい色に変わる。

19 (2) 本品0.01gに水酸化ナトリウム試液1mLを加え、水浴  
20 中で3分間加熱する。冷後、クロモトローブ酸試液1mLを加  
21 えて水浴中で10分間加熱するとき、液は濃紫色を呈する。

22 (3) 本品のメタノール溶液(1→20000)につき、紫外可視  
23 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
24 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
25 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
26 る。

27 (4) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
28 色を呈する。

29 融点(2.60) 121~125°C

30 純度試験

31 (1) 溶状 本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき、液  
32 は無色澄明である。

33 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
35 下)。

36 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
37 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
38 タノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後、過酸化水素  
39 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(2ppm以下)。

40 (4) 類縁物質 本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
41 試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、エタノール(95)  
42 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液  
43 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
44 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
45 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
46 トする。次にクロロホルム/酢酸エチル/酢酸(100)混液  
47 (6:5:2)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風  
48 乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料

49 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
50 たスポットより濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 0.25%以下(1g, 減圧, 60°C, 2時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ヨウ素瓶に  
54 入れ、酢酸(100)20mLに溶かし、0.05mol/L臭素液20mLを  
55 正確に加える。これに塩酸3mLを加えて直ちに密栓し、振  
56 り混ぜた後、60分間暗所に放置する。次に水50mL及びヨウ  
57 化カリウム試液15mLを注意して加え、直ちに密栓してよく  
58 振り混ぜた後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリ  
59 ウム液で滴定(2.50)する(指示薬: デンプン試液1mL)。同  
60 様の方法で空試験を行う。

61 0.05mol/L臭素液1mL=15.16mg  $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

62 貯法 容器 密閉容器。

## 1 エタクリン酸錠

## 2 Etacrynic Acid Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 エタクリン酸( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ : 303.14)を含む。

5 製法 本品は「エタクリン酸」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エタクリン酸」0.3g  
9 に対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液25mLを加え、ジク  
10 ロロメタン50mLで抽出する。ジクロロメタン抽出液をろ過  
11 し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「エタク  
12 リン酸」の確認試験(1)、(2)及び(4)を準用する。

13 (2) (1)の残留物につき、メタノールを加えて溶かし、  
14 「エタクリン酸」のメタノール溶液(1→20000)を調製する。  
15 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
16 ペクトルを測定するとき、波長268～272nmに吸収の極大を  
17 示す。

18 溶性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
19 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
20 70%以上である。

21 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
22 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
23 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
24 確に量り、表示量に従い1mL中にエタクリン酸  
25 ( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )約28 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確  
26 にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用エタクリン酸  
27 を60℃で2時間減圧乾燥し、その約55mgを精密に量り、メ  
28 タノール10mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。  
29 この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、  
30 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照と  
31 し、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
32 277nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

33 エタクリン酸( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$34 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

35  $M_S$ : 定量用エタクリン酸の秤取量(mg)

36  $C$ : 1錠中のエタクリン酸( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )の表示量(mg)

37 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
38 とする。エタクリン酸( $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$ )約0.1gに対応する量を  
39 精密に量り、0.1mol/L塩酸試液25mLを加え、ジクロロメタ  
40 ン30mLずつで3回抽出する。ジクロロメタン抽出液は脱脂  
41 綿を用いてヨウ素瓶にろ過する。次にジクロロメタン少量で  
42 脱脂綿を洗い、洗液は先の抽出液と合わせる。この液を水浴  
43 上で空気を送りながら蒸発乾固し、残留物を酢酸  
44 (100)20mLに溶かし、以下「エタクリン酸」の定量法を準  
45 用する。

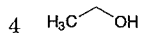
46 0.05mol/L臭素液1mL=15.16mg  $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

47 貯法 容器 密閉容器。

## 1 エタノール

2 Ethanol

3 アルコール

5  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$  : 46.07

6 Ethanol

7 [64-17-5]

8 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
9 各条である。

10 なお、三薬局方で調和されていない部分は「 $\blacklozenge$ 」で囲むことに  
11 より示す。

12 本品は15℃でエタノール( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ )95.1~96.9vol%を含む  
13 (比重による)。

14  $\blacklozenge$ 性状 本品は無色澄明の液である。

15 本品は水と混和する。

16 本品は燃えやすく、点火するとき、淡青色の炎をあげて燃  
17 える。

18 本品は揮発性である。 $\blacklozenge$

19 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
20 液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
21 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
22 ころに同様の強度の吸収を認める。

23 比重 (2.56)  $d_{4}^{15}$  : 0.809~0.816

24 純度試験

25 (1) 溶状 本品は無色澄明である。また、本品1.0mLに水  
26 を加えて20mLとし、5分間放置するとき、液は澄明である。  
27 比較液 : 水

28 (2) 酸又はアルカリ 本品20mLに新たに煮沸して冷却し  
29 た水20mL及びフェノールフタレイン試液1.0mLにエタノ  
30 ール(95)7.0mL及び水2.0mLを加えた液0.1mLを加えるとき、  
31 液は無色である。これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液  
32 1.0mLを加えるとき、液は淡紅色を呈する。

33 (3) 揮発性混在物 本品500mLを正確に量り、4-メチル  
34 ペンタン-2-オール150 $\mu$ Lを加えて試料溶液とする。別に  
35 無水メタノール100 $\mu$ Lに本品を加えて正確に50mLとする。  
36 この液5mLを正確に量り、本品を加えて正確に50mLとし、  
37 標準溶液(1)とする。また、無水メタノール及びアセトアル  
38 デヒド50 $\mu$ Lずつをとり、本品を加えて正確に50mLとする。  
39 この液100 $\mu$ Lに本品を加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)  
40 とする。更に、アセトアル150 $\mu$ Lに本品を加えて正確に50  
41 mLとする。この液100 $\mu$ Lに本品を加えて正確に10mLとし、  
42 標準溶液(3)とする。更に、ベンゼン100 $\mu$ Lに本品を加えて  
43 正確に100mLとする。この液100 $\mu$ Lに本品を加えて正確に  
44 50mLとし、標準溶液(4)とする。本品、試料溶液、標準溶液  
45 (1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)1 $\mu$ Lずつを正  
46 確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) によ  
47 り試験を行う。本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を  
48 自動積分法により測定し、本品のアセトアルデヒドのピーク  
49 面積 $A_E$ 、ベンゼンのピーク面積 $B_E$ 、アセトアルのピーク面

50 積 $C_E$ 及び標準溶液(1)のメタノールのピーク面積、標準溶液  
51 (2)のアセトアルデヒドのピーク面積 $A_T$ 、標準溶液(3)のアセ  
52 タールのピーク面積 $C_T$ 、標準溶液(4)のベンゼンのピーク面  
53 積 $B_T$ を求めるとき、本品のメタノールのピーク面積は、標  
54 準溶液(1)のメタノールのピーク面積の1/2以下である。ま  
55 た、次式により混在物の量を求めるとき、アセトアルデヒド  
56 及びアセトアルの量の和はアセトアルデヒドとして10vol  
57 ppmより大きくなく、ベンゼンの量は2vol ppmより大きく  
58 ない。また、試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積  
59 は、4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積以下であ  
60 る。ただし、4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積  
61 の3%以下のピークは用いない。

62 アセトアルデヒド及びアセトアルの量の和(vol ppm)

$$63 = (10 \times A_E) / (A_T - A_E) + (30 \times C_E) / (C_T - C_E)$$

$$64 \text{ ベンゼンの量(vol ppm)} = 2B_E / (B_T - B_E)$$

65 必要ならば、異なる極性の固定相(液相)の他の適切なクロ  
66 マトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う。

67 試験条件

68 検出器 : 水素炎イオン化検出器

69 カラム : 内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管  
70 の内面にガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピ  
71 ルフェニル-94%ジメチルシリコーンポリマーを厚  
72 さ1.8 $\mu$ mで被覆する。

73 カラム温度 : 40℃付近の一定温度で注入し、12分間保  
74 った後、240℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温  
75 し、240℃付近の一定温度で10分間保つ。

76 キャリヤーガス : ヘリウム

77 流量 : 35cm<sup>3</sup>/秒

78 スプリット比 : 1 : 20

79 システムの性能 : 標準溶液(2)1 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
80 で操作するとき、アセトアルデヒド、メタノールの順  
81 に流出し、その分離度は1.5以上である。

82 (4) 他の混在物(吸光度) 本品につき紫外可視吸光度測定  
83 法 (2.24) により試験を行うとき、波長240nm、250nm~  
84 260nm及び270nm~340nmにおける吸光度は、それぞれ  
85 0.40、0.30及び0.10以下である。また、水を対照とし、層長  
86 5cmのセルを用い、波長235nm~340nmにおける吸収スペ  
87 クトルを測定するとき、吸収曲線は平坦である。

88 (5) 蒸発残留物 本品100mLを正確に量り、水浴上で蒸  
89 発した後、残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は  
90 2.5mg以下である。

91 貯法

92 保存条件 遮光して保存する。

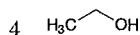
93  $\blacklozenge$ 容器 気密容器。 $\blacklozenge$

# 1 無水エタノール

## 1 無水エタノール

2 Anhydrous Ethanol

3 無水アルコール



5  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$  : 46.07

6 Ethanol

7 [64-17-5]

8 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
9 各条である。

10 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むこと  
11 より示す。

12 本品は15°Cでエタノール( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ )99.5vol%以上を含む(比  
13 重による)。

14 ◆性状 本品は無色澄明の液である。

15 本品は水と混和する。

16 本品は燃えやすく、点火するとき、淡青色の炎をあげて燃  
17 える。

18 本品は揮発性である。

19 沸点：78~79°C◆

20 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
21 液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
22 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
23 ころに同様の強度の吸収を認める。

24 比重(2.56)  $d_{4}^{20}$  : 0.794~0.797

25 純度試験

26 (1) 溶状 本品は無色澄明である。また、本品1.0mLに水  
27 を加えて20mLとし、5分間放置するとき、液は澄明である。  
28 比較液：水

29 (2) 酸又はアルカリ 本品20mLに新たに煮沸して冷却し  
30 た水20mL及びフェノールフタレイン試液1.0mLにエタノ  
31 ール(95)7.0mL及び水2.0mLを加えた液0.1mLを加えるとき、  
32 液は無色である。これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液  
33 1.0mLを加えるとき、液は淡紅色を呈する。

34 (3) 揮発性混在物 本品500mLを正確に量り、4-メチル  
35 ペンタン-2-オール150 $\mu\text{L}$ を加えて試料溶液とする。別に  
36 無水メタノール100 $\mu\text{L}$ に本品を加えて正確に50mLとする。  
37 この液5mLを正確に量り、本品を加えて正確に50mLとし、  
38 標準溶液(1)とする。また、無水メタノール及びアセトアル  
39 デヒド50 $\mu\text{L}$ ずつをとり、本品を加えて正確に50mLとする。  
40 この液100 $\mu\text{L}$ に本品を加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)  
41 とする。更に、アセタール150 $\mu\text{L}$ に本品を加えて正確に  
42 50mLとする。この液100 $\mu\text{L}$ に本品を加えて正確に10mLと  
43 し、標準溶液(3)とする。更に、ベンゼン100 $\mu\text{L}$ に本品を加  
44 えて正確に100mLとする。この液100 $\mu\text{L}$ に本品を加えて正  
45 確に50mLとし、標準溶液(4)とする。本品、試料溶液、標準  
46 溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)1 $\mu\text{L}$ ずつ  
47 を正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)  
48 により試験を行う。本品及びそれぞれの液の各々のピーク面  
49 積を自動積分法により測定し、本品のアセトアルデヒドのピ

50 ーク面積 $A_E$ 、ベンゼンのピーク面積 $B_E$ 、アセタールのピー  
51 ク面積 $C_E$ 及び標準溶液(1)のメタノールのピーク面積、標準  
52 溶液(2)のアセトアルデヒドのピーク面積 $A_T$ 、標準溶液(3)の  
53 アセタールのピーク面積 $C_T$ 、標準溶液(4)のベンゼンのピー  
54 ク面積 $B_T$ を求めるとき、本品のメタノールのピーク面積は、  
55 標準溶液(1)のメタノールのピーク面積の1/2以下である。

56 また、次式により混在物の量を求めるとき、アセトアルデヒ  
57 ド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして10vol  
58 ppmより大きくなく、ベンゼンの量は2vol ppmより大きく  
59 ない。また、試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積  
60 は、4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積以下であ  
61 る。ただし、4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積  
62 の3%以下のピークは用いない。

63 アセトアルデヒド及びアセタールの量の和(vol ppm)  
64 
$$= (10 \times A_E) / (A_T - A_E) + (30 \times C_E) / (C_T - C_E)$$
  
65 ベンゼンの量(vol ppm)  $= 2B_E / (B_T - B_E)$

66 必要ならば、異なる極性の固定相(液相)の他の適切なクロ  
67 マトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う。

68 試験条件

69 検出器：水素炎イオン化検出器

70 カラム：内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管  
71 の内面にガスクロマトグラフィー用6%シアノプロピ  
72 ルフェニル-94%ジメチルシリコーンポリマーを厚  
73 さ1.8 $\mu\text{m}$ で被覆する。

74 カラム温度：40°C付近の一定温度で注入し、12分間保  
75 った後、240°Cになるまで1分間に10°Cの割合で昇温  
76 し、240°C付近の一定温度で10分間保つ。

77 キャリヤーガス：ヘリウム

78 流量：35cm/秒

79 スプリット比：1 : 20

80 システムの性能：標準溶液(2)1 $\mu\text{L}$ につき、上記の条件  
81 で操作するとき、アセトアルデヒド、メタノールの順  
82 に流出し、その分離度は1.5以上である。

83 (4) 他の混在物(吸光度) 本品につき紫外可視吸光度測定  
84 法(2.24)により試験を行うとき、波長240nm、250nm~  
85 260nm及び270nm~340nmにおける吸光度は、それぞれ  
86 0.40、0.30及び0.10以下である。また、水を対照とし、層長  
87 5cmのセルを用い、波長235nm~340nmにおける吸収スペ  
88 クトルを測定するとき、吸収曲線は平坦である。

89 (5) 蒸発残留物 本品100mLを正確に量り、水浴上で蒸  
90 発した後、残留物を105°Cで1時間乾燥するとき、その量は  
91 2.5mg以下である。

92 貯法

93 保存条件 遮光して保存する。

94 ◆容器 気密容器。◆

1 消毒用エタノール

1 消毒用エタノール

2 Ethanol for Disinfection

3 消毒用アルコール

4 本品は15℃でエタノール(C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O : 46.07)76.9~81.4vol%  
5 を含む(比重による).

6 製法

エタノール	830mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、混和して製する。

8 性状 本品は無色透明の液である。

9 本品は水と混和する。

10 本品は点火するとき、淡青色の炎をあげて燃える。

11 本品は揮発性である。

12 確認試験

13 (1) 本品1mLにヨウ素試液2mL及び水酸化ナトリウム試  
14 液1mLを加えて振り混ぜるとき、淡黄色の沈殿を生じる。

15 (2) 本品1mLに酢酸(100)1mL及び硫酸3滴を加えて加熱  
16 するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

17 比重 (2.56)  $d_{15}^{15}$  : 0.860~0.873

18 純度試験 「エタノール」の純度試験を準用する。

19 貯法

20 保存条件 遮光して保存する。

21 容器 気密容器。

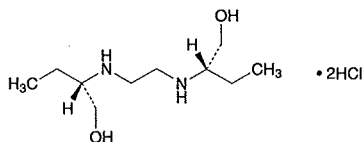


1 エタンブトール塩酸塩

1 エタンブトール塩酸塩

2 Ethambutol Hydrochloride

3 塩酸エタンブトール



5  $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$  : 277.23

6 2,2'-(Ethylenediimino)bis[(2S)-butan-1-ol]dihydrochloride

7 [1070-11-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エタンブトール塩酸  
9 塩( $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
11 味は苦い。

12 本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール  
13 (95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けな  
14 い。

15 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.4~4.0である。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)10mLに硫酸銅(II)試液0.5mL  
18 及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき、液は濃青色  
19 を呈する。

20 (2) 本品0.1gを水40mLに溶かし、2,4,6-トリニトロフェ  
21 ノール試液20mLを加え、1時間放置する。生じた沈殿をろ  
22 取し、水50mLで洗い、105°Cで2時間乾燥するとき、その融  
23 点(2.60)は193~197°Cである。

24 (3) 本品の水溶液(1→30)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
25 する。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +5.5~+6.1°(乾燥後、5g、水、  
27 50mL、200mm)。

28 融点(2.60) 200~204°C

29 純度試験

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

32 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。

35 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (4) 2-アミノブタノール 本品5.0gをとり、メタノール  
38 に溶かし、正確に100mLとし、試料溶液とする。別に2-ア  
39 ミノ-1-ブタノール0.05gをとり、メタノールに溶かし、  
40 正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
41 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
42 液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
43 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチ  
44 ル/酢酸(100)/塩酸/水混液(11:7:1:1)を展開溶媒とし  
45 て約10cm展開した後、薄層板を風乾し、105°Cで5分間加熱  
46 する。冷後、ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液を均等  
47 に噴霧し、風乾後、105°Cで5分間加熱するとき、標準溶液

48 から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポッ  
49 トは、標準溶液のスポットより濃くない。

50 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、105°C、3時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水20mL及  
53 び硫酸銅(II)試液1.8mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム  
54 試液7mLを振り混ぜながら加えた後、水を加えて正確に  
55 50mLとし、遠心分離する。その上澄液10mLを正確に量り、  
56 pH10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mL及び  
57 水100mLを加え、0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素  
58 二ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: Cu-PAN試液  
59 0.15mL)。ただし、滴定の終点は液の青紫色が淡赤色を経て  
60 淡黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補  
61 正する。

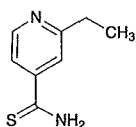
62 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
63 1mL

64 =2.772mg  $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$

65 貯法 容器 気密容器。

## 1 エチオナミド

## 2 Ethionamide

4  $C_8H_{10}N_2S$  : 166.24

5 2-Ethylpyridine-4-carbothioamide

6 [J36-33-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、エチオナミド  
8 ( $C_8H_{10}N_2S$ )98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいが  
10 ある。

11 本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けやすく、エタ  
12 ノール(99.5)又はアセトンにやや溶けにくく、水にほとんど  
13 溶けない。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(3→160000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
18 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
19 る。

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

24 融点(2.60) 161~165°C

## 25 純度試験

26 (1) 酸 本品3.0gにメタノール30mLを加え、加温して溶  
27 かし、更に水90mLを加え、氷水中で1時間放置し、ろ過す  
28 る。ろ液80mLにクレゾールレッド試液0.8mL及び0.1mol/L  
29 水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき、液は赤色を呈す  
30 る。

31 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
33 下)。

34 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
35 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
36 タノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後、過酸化水素  
37 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(2ppm以下)。

38 (4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて  
39 行う。本品0.20gをアセトン10mLに溶かし、試料溶液とす  
40 る。試料溶液0.5mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に  
41 100mLとし、標準溶液(1)とする。別に、試料溶液0.2mLを  
42 正確に量り、アセトンを加えて正確に100mLとし、標準溶  
43 液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
44 (2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準  
45 溶液(2)10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍  
46 光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に、  
47 酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液(6:2:1)を展開溶  
48 媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫

49 外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主ス  
50 ポット以外のスポットは、標準溶液(1)のスポットより濃く  
51 ない。また、試料溶液から得た主スポット以外のスポットで、  
52 標準溶液(2)のスポットより濃いものは1個以下である。

53 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

54 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

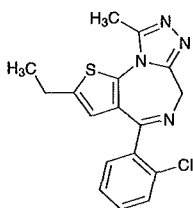
55 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
56 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
57 (指示薬:p-ナフトールベンゼイン試液2mL)。ただし、滴  
58 定の終点は液のだいたい赤色が暗だいたい褐色になるとき  
59 とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

60 0.1mol/L過塩素酸1mL=16.62mg  $C_8H_{10}N_2S$ 

61 貯法 容器 密閉容器。

## 1 エチゾラム

## 2 Etizolam



3

4  $C_{17}H_{15}ClN_4S$  : 342.85

5 4-(2-Chlorophenyl)-2-ethyl-9-methyl-6H-

6 thieno[3,2-f][1,2,4]triazolo[4,3-a][1,4]diazepine

7 [40054-69-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エチゾラム  
9 ( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、アセトニトリ  
12 ル又は無水酢酸にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

## 13 確認試験

14 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫  
15 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
16 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
17 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
18 認める。

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

23 融点(2.60) 146~149°C

## 24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
27 下)。

28 (2) 類縁物質 本品20mgをアセトニトリル50mLに溶か  
29 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトニ  
30 トリルを加えて正確に20mLとする。更にこの液1mLを正確  
31 に量り、アセトニトリルを加えて正確に50mLとし、標準溶  
32 液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
33 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
34 い、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測  
35 定するとき、試料溶液のエチゾラム以外の各々のピーク面積  
36 は、標準溶液のエチゾラムのピーク面積より大きくない。

## 37 試験条件

38 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

39 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
40 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
41 リカゲルを充てんする。

42 カラム温度：35°C付近の一定温度

43 移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かして  
44 1000mLとした液に、薄めたリン酸(1→10)を加えて  
45 pH3.5に調整する。この液550mLにアセトニトリル

46 450mLを加える。

47 流量：エチゾラムの保持時間が約6分になるように調整  
48 する。

49 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエチゾラムの保持  
50 時間の約5倍の範囲

## 51 システム適合性

52 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、アセトニトリ  
53 ルを加えて正確に20mLとする。この液10 $\mu$ Lから  
54 得たエチゾラムのピーク面積が、標準溶液のエチゾラ  
55 ムのピーク面積の8~12%になることを確認する。

56 システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸エチル  
57 0.02gずつを移動相に溶かし、50mLとする。この液  
58 1mLに移動相を加えて50mLとする。この液10 $\mu$ Lに  
59 つき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香  
60 酸エチル、エチゾラムの順に溶出し、その分離度は3  
61 以上である。

62 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
63 で試験を6回繰り返すとき、エチゾラムのピーク面積  
64 の相対標準偏差は2%以下である。

65 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

66 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

67 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、無水酢酸/  
68 酢酸(100)混液(7:3)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
69 定(2.50)する(電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第二変  
70 曲点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

71 0.1mol/L過塩素酸1mL=17.14mg  $C_{17}H_{15}ClN_4S$ 

## 72 貯法

73 保存条件 遮光して保存する。

74 容器 気密容器。

1 エチゾラム細粒

2 Etizolam Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 エチゾラム(C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>4</sub>S：342.85)を含む。

5 製法 本品は「エチゾラム」をとり、顆粒剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチゾラム」5mgに  
9 対応する量を取り、メタノール10mLを加えて振り混ぜた後、  
10 孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液  
11 を水浴上で蒸発乾固して得た残留物に、冷後、硫酸2mLに  
12 溶かす。この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、淡  
13 黄緑色の蛍光を発する。

14 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチゾラム」1mgに  
15 対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液80mLを加えて振り混  
16 ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法  
17 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長249～  
18 253nm及び292～296nmに吸収の極大を示す。ただし、測  
19 定は10分以内に行う。

20 製剤均一性 (6.02) 分包したものは、質量偏差試験を行うと  
21 き、適合する。

22 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、バドル法により、  
23 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
24 75%以上である。

25 本品の表示量に従いエチゾラム(C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>4</sub>S)約1mgに対  
26 応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶  
27 出液20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィ  
28 ルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液2mL  
29 を正確に量り、アセトニトリル2mLを正確に加え、試料溶  
30 液とする。別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し、  
31 その約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
32 50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に  
33 100mLとする。この液4mLを正確に量り、水を加えて正確  
34 に100mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリ  
35 ル2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
36 溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
37 フィー (2.01)により試験を行い、それぞれの液のエチゾラ  
38 ムのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

39 エチゾラム(C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>4</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

$$40 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 18 / 5$$

41 M<sub>S</sub>：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

42 M<sub>T</sub>：本品の秤取量(g)

43 C：1g中のエチゾラム(C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>4</sub>S)の表示量(mg)

44 試験条件

45 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：243nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
48 リカゲルを充てんする。

49 カラム温度：30℃付近の一定温度

50 移動相：水/アセトニトリル混液(1：1)

51 流量：エチゾラムの保持時間が約7分になるように調整

52 する。

53 システム適合性

54 システムの性能：標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
55 操作するとき、エチゾラムのピークの理論段数及びシ  
56 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下で  
57 ある。

58 システムの再現性：標準溶液50μLにつき、上記の条件  
59 で試験を6回繰り返すとき、エチゾラムのピーク面積  
60 の相対標準偏差は2.0%以下である。

61 粒度 (6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。

62 定量法 本品を粉末とし、エチゾラム(C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>4</sub>S)約4mgに  
63 対応する量を精密に量り、水30mLを加えてかき混ぜる。次  
64 にメタノール60mLを加えて20分間かき混ぜた後、更にメタ  
65 ノールを加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上澄液  
66 5mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、薄めた  
67 メタノール(7→10)を加えて25mLとし、試料溶液とする。

68 別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し、その約0.1g  
69 を精密に量り、薄めたメタノール(7→10)に溶かし、正確に  
70 100mLとする。この液2mLを正確に量り、薄めたメタノー  
71 ル(7→10)を加えて正確に100mLとする。次にこの液10mL  
72 を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、更に薄めた  
73 メタノール(7→10)を加えて25mLとし、標準溶液とする。

74 試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマ  
75 トグラフィー (2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
76 ク面積に対するエチゾラムのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求  
77 める。

78 エチゾラム(C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>4</sub>S)の量(mg)

$$79 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 25$$

80 M<sub>S</sub>：定量用エチゾラムの秤取量(mg)

81 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノー  
82 ル(7→10)溶液(1→50000)

83 試験条件

84 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

85 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
86 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
87 リカゲルを充てんする。

88 カラム温度：35℃付近の一定温度

89 移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし、  
90 1000mLとした液に、薄めたリン酸(1→10)を加えて  
91 pH3.5に調整する。この液550mLにアセトニトリル  
92 450mLを加える。

93 流量：エチゾラムの保持時間が約6分になるように調整  
94 する。

95 システム適合性

96 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
97 操作するとき、内標準物質、エチゾラムの順に溶出し、  
98 その分離度は3以上である。

99 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
100 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
101 に対するエチゾラムのピーク面積の比の相対標準偏差  
102 は1.0%以下である。

103 貯法

## 2 エチゾラム細粒

- 104 保存条件 遮光して保存する。
- 105 容器 気密容器。

## 1 エチゾラム錠

## 2 Etizolam Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 エチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ ; 342.85)を含む。

5 製法 本品は「エチゾラム」をとり、錠剤の製法により製する。  
6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチゾラム」5mgに  
8 対応する量を取り、メタノール10mLを加えて振り混ぜた後、  
9 ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、冷後、硫酸2mLに  
10 溶かす。この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、淡  
11 黄緑色の蛍光を発する。

12 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチゾラム」1mgに  
13 対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液80mLを加えて振り混  
14 ぜた後、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過す  
15 る。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
16 スペクトルを測定するとき、波長249～253nm及び292～  
17 296nmに吸収の極大を示す。ただし、測定は10分以内に行  
18 う。

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

21 本品1個をとり、水2.5mLを加えて崩壊するまでかき混ぜ  
22 る。次にメタノール20mLを加え、20分間かき混ぜた後、更  
23 にメタノールを加えて正確に25mLとし、遠心分離する。上  
24 澄液V mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、  
25 1mL中にエチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )約8 $\mu$ gを含む液となるよ  
26 うに薄めたメタノール(9→10)を加えて25mLとし、試料溶  
27 液とする。以下定量法を準用する。

28 エチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )の量(mg)  
29  $=M_s \times Q_T / Q_s \times 1 / V \times 1 / 20$

30  $M_s$ : 定量用エチゾラムの秤取量(mg)

31 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノ  
32 ル(9→10)溶液(1→50000)

33 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
34 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
35 70%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中にエチゾラム  
40 ( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )約0.56 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正  
41 確にV' mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトニト  
42 リル2mLを正確に加え、試料溶液とする。別に定量用エチ  
43 ゾラムを105℃で3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
44 メタノール50mLに溶かした後、水を加えて正確に100mLと  
45 する。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
46 とする。この液4mLを正確に量り、水を加えて正確に  
47 100mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル  
48 2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
49 液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
50 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のエチゾラム  
51 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_s$ を測定する。

52 エチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )の表示量に対する溶出率(%)  
53  $=M_s \times A_T / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 5$

54  $M_s$ : 定量用エチゾラムの秤取量(mg)

55  $C$ : 1錠中のエチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )の表示量(mg)

56 試験条件

57 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 243nm)

58 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
59 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
60 リカゲルを充てんする。

61 カラム温度: 30℃付近の一定温度

62 移動相: 水/アセトニトリル混液(1: 1)

63 流量: エチゾラムの保持時間が約7分になるように調整  
64 する。

65 システム適合性

66 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
67 操作するとき、エチゾラムのピークの理論段数及びシ  
68 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下で  
69 ある。

70 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、エチゾラムのピーク面積  
72 の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 定量法 本品20個をとり、水50mLを加えて崩壊するまでかき  
74 混ぜる。次にメタノール400mLを加えて20分間かき混ぜた  
75 後、更にメタノールを加えて正確に500mLとし、遠心分離  
76 する。エチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )約0.2mgに対応する容量の  
77 上澄液を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、更に  
78 薄めたメタノール(9→10)を加えて25mLとし、試料溶液と  
79 する。別に定量用エチゾラムを105℃で3時間乾燥し、その  
80 約100mgを精密に量り、薄めたメタノール(9→10)に溶かし、  
81 正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、薄めたメ  
82 タノール(9→10)を加えて正確に100mLとする。この液  
83 10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、更に  
84 薄めたメタノール(9→10)を加えて25mLとし、標準溶液と  
85 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
86 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
87 のピーク面積に対するエチゾラムのピーク面積の比 $Q_T$ 及び  
88  $Q_s$ を求める。

89 エチゾラム( $C_{17}H_{15}ClN_4S$ )の量(mg)

90  $=M_s \times Q_T / Q_s \times 1 / 500$

91  $M_s$ : 定量用エチゾラムの秤取量(mg)

92 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたメタノ  
93 ル(9→10)溶液(1→50000)

94 試験条件

95 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240nm)

96 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
97 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
98 リカゲルを充てんする。

99 カラム温度: 35℃付近の一定温度

100 移動相: リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし、  
101 1000mLとした液に、薄めたリン酸(1→10)を加えて  
102 pH3.5に調整する。この液550mLにアセトニトリル

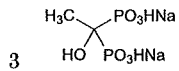
## 2 エチゾラム錠

- 103 450mLを加える。
- 104 流量：エチゾラムの保持時間が約6分になるように調整
- 105 する。
- 106 システム適合性
- 107 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 108 操作するとき、内標準物質、エチゾラムの順に溶出し、
- 109 その分離度は3以上である。
- 110 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 111 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 112 に対するエチゾラムのピーク面積の比の相対標準偏差
- 113 は1.0%以下である。
- 114 貯法
- 115 保存条件 遮光して保存する。
- 116 容器 気密容器。

1 エチドロン酸二ナトリウム

1 エチドロン酸二ナトリウム

2 Etidronate Disodium



4  $C_2H_6Na_2O_7P_2$  : 249.99

5 Disodium dihydrogen 1-hydroxyethane-1,1-diyl diphosphonate

6 [7414-83-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、エチドロン酸二ナトリウム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )98.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の粉末である。

10 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

12 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.4~5.4である。本品は吸湿性である。

14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLに、硫酸銅(II)試液1mLを加えて10分間振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じる。

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

21 (3) 本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

23 純度試験

24 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、試験を行う。ただし、希酢酸2mLを加えた後、遠心分離を行い、上澄液を用いる。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

28 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調製し、試験を行う(2ppm以下)。

30 (3) 亜リン酸塩 本品約3.5gを精密に量り、0.1mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整した液100mLに溶かした後、0.05mol/Lヨウ素液20mLを正確に加え、直ちに密栓する。この液を暗所で30分間放置した後、酢酸(100)1mLを加え、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。亜リン酸塩( $NaH_2PO_3$ )の量を求めるとき、1.0%以下である。

38 0.05mol/Lヨウ素液1mL=5.199mg  $NaH_2PO_3$

39 (4) メタノール 本品約0.5gを精密に量り、水に溶かし正確に5mLとし、試料溶液とする。別にメタノール1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い、それぞれの液のメタノールのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定し、メタノール( $CH_4O$ )の量を求めるとき、0.1%以下である。

47 メタノール( $CH_4O$ )の量(%)

48  $=1/M \times A_T/A_S \times 1/20 \times 0.79$

49 M: 試料の秤取量(g)

50 0.79: メタノールの密度(g/mL)

51 試験条件

52 検出器: 水素炎イオン化検出器

53 カラム: 内径3mm、長さ2mのガラス管に180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを充てんする。

54 カラム温度: 130 $^{\circ}$ C付近の一定温度

55 キャリヤガス: 窒素

58 流量: メタノールの保持時間が約2分になるように調整する。

60 システム適合性

61 システムの性能: メタノール及びエタノール(99.5)1mLをとり、水を加えて100mLとする。この液1mLをとり、水を加えて100mLとする。この液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メタノール、エタノールの順に流出し、その分離度は2.0以上である。

66 システムの再現性: 標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の試験を6回繰り返すとき、メタノールのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である。

69 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.5g, 210 $^{\circ}$ C, 2時間)。

70 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液15mLを正確に量り、あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)5mLを用いて調製した内径10mmのカラムに入れ、1分間に約1.5mLの流速で流出させる。次に水25mLずつを用いてカラムを2回洗う。洗液は先の流出液に合わせ、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

78 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=12.50mg  $C_2H_6Na_2O_7P_2$

79 貯法 容器 気密容器。



# 1 エチドロン酸二ナトリウム錠

## 1 エチドロン酸二ナトリウム錠

### 2 Etidronate Disodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 エチドロン酸二ナトリウム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ : 249.99)を含む。

5 製法 本品は「エチドロン酸二ナトリウム」をとり、錠剤の製  
6 法により製する。

#### 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチドロン酸二ナト  
9 リウム」0.2gに対応する量を取り、水20mLを加えて振り混  
10 ぜた後、ろ過する。ろ液につき、「エチドロン酸二ナトリウ  
11 ム」の確認試験(1)を準用する。

12 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチドロン酸二ナト  
13 リウム」0.4gに対応する量を取り、水10mLを加えて振り混  
14 ぜた後、ろ過する。ろ液の全量を減圧下蒸発乾固し、残留物  
15 にエタノール(99.5)15mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離  
16 する。エタノールを除き、残留物を150°Cで4時間乾燥した  
17 ものにつき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリ  
18 ウム錠剤法により測定するとき、波数 $1170\text{cm}^{-1}$ 、 $1056\text{cm}^{-1}$ 、  
19  $916\text{cm}^{-1}$ 、 $811\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

20 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

21 溶性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により毎  
22 分50回転で試験を行うとき、本品の60分間の溶出率は85%  
23 以上である。

24 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
25 20mL以上をとり、孔径 $0.45\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルタ  
26 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V\text{mL}$ を  
27 正確に量り、表示量に従い1mL中にエチドロン酸二ナトリ  
28 ム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )約0.22mgを含む液となるように水を加  
29 えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別に定量用エチ  
30 ドロン酸二ナトリウムを210°Cで2時間乾燥し、その約30mg  
31 を精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液  
32 適量を正確に量り、水を加えて1mL中にエチドロン酸二ナ  
33 トリウム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )約0.12、0.21及び0.24mgを含む液  
34 となるように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及びそ  
35 れぞれの標準溶液2mLずつを正確に量り、それぞれに硫酸  
36 銅(II)溶液(7→10000)2mLを正確に加えた後、水を加えて正  
37 確に10mLとする。これらの液につき、硫酸銅(II)溶液(7→  
38 10000)2mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとした液  
39 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
40 い、波長233nmにおける吸光度を測定し、標準溶液から得  
41 た検量線を用いて試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリ  
42 ムの濃度 $C_T$ を求める。

43 エチドロン酸二ナトリウム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )の表示量に対する  
44 溶出率(%)

$$45 = C_T \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

46  $C_T$ : 試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウム  
47 ( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )の濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

48  $C$ : 1錠中のエチドロン酸二ナトリウム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )の  
49 表示量(mg)

50 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
51 とする。エチドロン酸二ナトリウム( $C_2H_6Na_2O_7P_2$ )約0.5gに

52 対応する量を精密に量り、水30mLを加え、10分間激しく振  
53 り混ぜた後、水を加えて正確に50mLとし、ろ過する。ろ液  
54 15mLを正確に量り、以下「エチドロン酸二ナトリウム」の  
55 定量法を準用する。

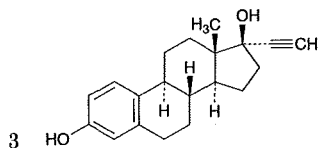
56 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=12.50mg  $C_2H_6Na_2O_7P_2$

57 貯法 容器 気密容器。

1 エチニルエストラジオール

1 エチニルエストラジオール

2 Ethinylestradiol



4  $C_{20}H_{24}O_2$  : 296.40

5 19-Nor-17 $\alpha$ -pregna-1,3,5(10)-triene-20-yne-3,17-diol

6 [57-63-6]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、エチニルエストラジ  
8 オール( $C_{20}H_{24}O_2$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、にお  
10 はない。

11 本品はピリジン又はテトラヒドロフランに溶けやすく、エ  
12 タノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく、水に  
13 ほとんど溶けない。本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 確認試験

15 (1) 本品2mgを硫酸/エタノール(95)混液(1:1)1mLに溶  
16 かすとき、液は帯紫赤色を呈し、黄緑色の蛍光を発する。こ  
17 の液に注意して水2mLを加えるとき、液は赤紫色に変わる。

18 (2) 本品0.02gを共栓試験管にとり、水酸化カリウム溶液  
19 (1→20)10mLに溶かし、塩化ベンゾイル0.1gを加えて振り混  
20 ぜ、生じた沈殿をろ取し、メタノールから再結晶し、デシケ  
21 ーター(減圧、酸化リン(V))で乾燥するとき、その融点  
22 (2.60) は200～202°Cである。

23 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -26～-31°(乾燥後、0.1g, ピリジ  
24 ン, 25mL, 100mm)。

25 融点 (2.60) 180～186°C又は142～146°C。

26 純度試験 エストロン 本品5mgをエタノール(95)0.5mLに溶  
27 かし、1,3-ジニトロベンゼン0.05gを加え、これに新たに製  
28 した希水酸化カリウム・エタノール試液0.5mLを加え、暗所  
29 に1時間放置した後、更にエタノール(95)10mLを加えると  
30 き、液の色は次の比較液より濃くない。

31 比較液：本品を用いないで同様に操作して製する。

32 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
33 間)。

34 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

35 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、テトラヒド  
36 ロフラン40mLに溶かし、硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え、  
37 0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定  
38 法)。

39 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=29.64mg  $C_{20}H_{24}O_2$

40 貯法

41 保存条件 遮光して保存する。

42 容器 気密容器。

## 1 エチニルエストラジオール錠

## 2 Ethinylestradiol Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 エチニルエストラジオール(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>: 296.40)を含む。

5 製法 本品は「エチニルエストラジオール」をとり、錠剤の製  
6 法により製する。

## 7 確認試験

8 (1) 定量法で得た試料溶液5mLを蒸発乾固し、残留物を  
9 硫酸/エタノール(95)混液(2:1)2mLに溶かすとき、液の色  
10 は淡赤色を呈し、黄色の蛍光を発する。この液に注意して水  
11 4mLを加えるとき、液の色は赤紫色に変わる。

12 (2) 定量法で得た試料溶液10mLをとり、これを蒸発乾固  
13 し、残留物を酢酸(31)0.2mL及びリン酸2mLを加え、水浴上  
14 で5分間加熱するとき、液の色は紅色で、黄緑色の蛍光を発  
15 する。

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

18 本品1個を分液漏斗にとり、崩壊試験第2液10mLを加え、  
19 崩壊するまで振り混ぜた後、希硫酸10mL及びクロロホルム  
20 20mLを加え、5分間激しく振り混ぜ、クロロホルム層を無  
21 水硫酸ナトリウム5gを置いたろ紙を通して三角フラスコ中  
22 にくろ過する。水層は更にクロロホルム20mLずつで2回抽出  
23 し、同様に操作して先のろ液に合わせる。これを水浴上で窒  
24 素を送風しながら穏やかに蒸発し、残留物にメタノール  
25 100mLを正確に加えて溶かし、必要ならば遠心分離する。  
26 上澄液x mLを正確に量り、1mL中にエチニルエストラジ  
27 オール(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)約40ngを含む液となるようにメタノールを加  
28 えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別にエチニルエス  
29 トラジオール標準品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で4  
30 時間乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノールに溶か  
31 し、1mL中にエチニルエストラジオール(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)約40ng  
32 を含む液となるように調製し、標準溶液とする。共栓試験管  
33 T、S及びBに硫酸・メタノール試液4mLずつを正確に量り、  
34 氷冷した後、試料溶液、標準溶液及びメタノールをそれぞれ  
35 正確に1mLずつ加えて直ちに振り混ぜ、30℃の水浴中に40  
36 分間放置した後、20℃の水浴中に5分間放置する。これらの  
37 液につき、蛍光光度法(2.22)により試験を行い、励起の波  
38 長460nm、蛍光の波長493nmにおける蛍光の強さF<sub>T</sub>、F<sub>S</sub>及  
39 びF<sub>B</sub>を測定する。

40 エチニルエストラジオール(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)  
41 
$$= M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V / 2500 \times 1/x$$

42 M<sub>S</sub>: エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

43 溶出性 別に規定する。

## 44 定量法

45 (i) クロマトグラフィー管 内径25mm、長さ300mmの  
46 管を用い、下部にはガラスウールを入れ、この上に無水硫酸  
47 ナトリウム5gを入れる。

48 (ii) カラム クロマトグラフィー用ケイソウ土5gをとり、  
49 200mLのビーカーに入れ、これに1mol/L塩酸試液4mLを加  
50 えてよくしみ込ませ、均一になるまでよく混ぜる。これをク  
51 ロマトグラフィー管に少しずつ入れ、60~80mmの層にな

52 るように圧さく棒で適度にかたく詰める。

53 (iii) 標準溶液 エチニルエストラジオール標準品をデシケ  
54 ーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約10mgを  
55 精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に100mLとする。  
56 この液5mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に  
57 100mLとする。

58 (iv) 試料 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、  
59 粉末とする。エチニルエストラジオール(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)約0.5mg  
60 に対応する量を精密に量り、50mLのビーカーに入れ、これ  
61 に水2mLを加え、よく振り混ぜた後、更にクロロホルム  
62 3mLを加えてよく振り混ぜる。これにクロマトグラフィー  
63 用ケイソウ土4gを加え、内容物が器壁に付かなくなるまで  
64 よく混ぜて試料とする。

65 (v) 操作法 試料は漏斗を用いてカラムに加え、適度にか  
66 たく詰める。ビーカーに附着した試料はクロマトグラフィー  
67 用ケイソウ土0.5gを加えてよく混ぜた後、クロマトグラフィー  
68 管に入れる。更に、ビーカー及び圧さく棒に附着した試料  
69 はガラスウールでぬぐいとり、クロマトグラフィー管に入れ  
70 る。これを圧さく棒で押し下げ、カラムの上部から軽く押さ  
71 える。カラムの高さは110~130mmにする。次にクロロホル  
72 ム70mLを量り、クロマトグラフィー管の内壁を洗った後、  
73 残りをクロマトグラフィー管に入れる。流出速度は1分間  
74 0.8mL以下とし、流出液を集める。流出が終わったらクロマ  
75 トグラフィー管の下部を少量のクロロホルムで洗い込み、更  
76 にクロロホルムを加えて正確に100mLとし、試料溶液とす  
77 る。試料溶液及び標準溶液6mLずつを正確に量り、それぞ  
78 れを分液漏斗に入れ、これにイソオクタン20mLを加える。  
79 更に硫酸/メタノール混液(7:3)10mLを正確に加え、5分  
80 間激しく振り混ぜた後、暗所に15分間放置し、遠心分離す  
81 る。ここで得た呈色液につき、クロロホルム6mLを用いて  
82 同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法  
83 (2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得た  
84 それぞれの液の波長540nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定  
85 する。

86 エチニルエストラジオール(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)  
87 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 1/20$$

88 M<sub>S</sub>: エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

89 貯法 容器 密閉容器。

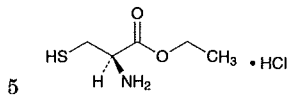
# 1 L-エチルシステイン塩酸塩

## 1 L-エチルシステイン塩酸塩

2 Ethyl L-Cysteine Hydrochloride

3 塩酸エチルシステイン

4 塩酸L-エチルシステイン



6  $C_6H_{11}NO_2S \cdot HCl$  : 185.67

7 Ethyl(2*R*)-2-amino-3-sulfanylpropanoate

8 monohydrochloride

9 [868-59-7]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、L-エチルシステイン塩酸塩( $C_6H_{11}NO_2S \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なにおいがあり、味は初め苦く、後に舌を焼くようである。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやすい。

13 融点：約126°C(分解)。

### 14 確認試験

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

16 (2) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1)(1.09)を呈する。

17 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -10.0 ~ -13.0°(乾燥後, 2g, 1mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

### 18 純度試験

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

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

21 (3) 類縁物質 本操作は速やかに行う。本品及び*N*-エチルマレイミド0.05gずつを移動相5mLに溶かし、30分間放置し、試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、標準溶液のL-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体に対する相対保持時間約0.7の試料溶液から得たピーク面積は、標準溶液のL-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体のピーク面積より大きくない。また試料溶液のL-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体及び*N*-エチルマレイミド以外の各々のピーク面積は、標準溶液のL-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体のピーク面積の1/3より大きくない。

### 22 操作条件

23 検出器：紫外吸光度計(測定波長：250nm)

24 カラム：内径約6mm、長さ約15cmのステンレス管に

50 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

51 カラム温度：25°C付近の一定温度

52 移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液(2：1)

53 流量：L-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体の保持時間が約4分になるように調整する。

54 カラムの選定：本品0.05g、L-システイン塩酸塩一水和物0.01g及び*N*-エチルマレイミド0.05gを移動相

55 25mLに溶かし、30分間放置する。この液2μLにつき、上記の条件で操作するとき、L-システインの*N*-エチルマレイミド付加体、L-エチルシステインの*N*-

56 エチルマレイミド付加体、*N*-エチルマレイミドの順に溶出し、各成分が完全に分離し、L-システインの

57 *N*-エチルマレイミド付加体とL-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体の分離度が3以上のものを

58 のを用いる。

59 検出感度：標準溶液2μLから得たL-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体のピーク高さが10~20mmになるように調整する。

60 面積測定範囲：L-エチルシステインの*N*-エチルマレイミド付加体の保持時間の約3倍の範囲

61 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 5時間)。

62 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

63 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを共栓フラスコに精密に量り、新たに煮沸し、窒素気流中で5°C以下に冷却した水10mLに溶かし、あらかじめ5°C以下に冷却した0.05mol/Lヨウ素液20mLを正確に加え、30秒間放置した後、5°C以下に冷却しながら0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

64 0.05mol/Lヨウ素液1mL=18.57mg  $C_6H_{11}NO_2S \cdot HCl$

65 貯法 容器 気密容器。

1 エチルモルヒネ塩酸塩水和物

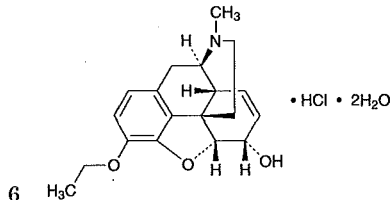
1 エチルモルヒネ塩酸塩水和物

2 Ethylmorphine Hydrochloride Hydrate

3 エチルモルヒネ塩酸塩

4 塩酸エチルモルヒネ

5 ジオニン



7 C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub> · HCl · 2H<sub>2</sub>O : 385.88

8 (5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-ethoxy-17-methyl-

9 7,8-didehydromorphinan-6-ol monohydrochloride dihydrate

10 [125-30-4, 無水物]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、エチルモル  
12 ヒネ塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub> · HCl : 349.85)98.0%以上を含む。

13 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、水  
15 に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けやすく、無水酢酸  
16 にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 本品は光によって変化する。

18 融点：約123℃(分解)。

19 確認試験

20 (1) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
21 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
22 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
23 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

28 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2) (1.09) を  
29 呈する。

30 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -103~-106°(脱水物に換算したも  
31 の0.4g, 水, 20mL, 100mm)。

32 pH (2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0~  
33 6.0である。

34 純度試験 類縁物質 本品0.20gを薄めたエタノール(1→  
35 2)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液0.5mLを正確に  
36 量り、薄めたエタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし、  
37 標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィ  
38 ー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLず  
39 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用  
40 いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール(99.5)  
41 /トルエン/アセトン/アンモニア水(28)混液(14 : 14 : 7 :  
42 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
43 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
44 得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポッ  
45 トより濃くない。

46 水分 (2.48) 8.0~10.0%(0.25g, 容量滴定法, 直接滴定)。

47 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

48 定量法 本品約0.5gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液  
49 (7 : 3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
50 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

51 0.1mol/L過塩素酸1mL = 34.99mg C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub> · HCl

52 貯法

53 保存条件 遮光して保存する。

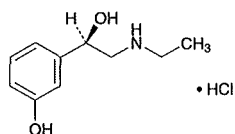
54 容器 気密容器。

1 エチレフリン塩酸塩

1 エチレフリン塩酸塩

2 Etilefrine Hydrochloride

3 塩酸エチレフリン



4 及び鏡像異性体

5  $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$  : 217.69

6 (1*RS*)-2-Ethylamino-1-(3-hydroxyphenyl)ethanol

7 monohydrochloride

8 [943-17-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、エチレフリン塩酸塩  
10 ( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )98.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けや  
13 すく、酢酸(100)にやや溶けにくい。

14 本品は光によって徐々に黄褐色に着色する。

15 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品5mgを薄めた塩酸(1→1000)100mLに溶かした液  
18 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル  
19 を測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比  
20 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の  
21 強度の吸収を認める。

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

26 (3) 本品の水溶液(1→1000)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
27 を呈する。

28 融点(2.60) 118~122°C

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
31 明である。

32 (2) 酸又はアルカリ 本品の水溶液(1→50)10mLに酸又  
33 はアルカリ試験用メチルレッド試液0.1mL及び0.01mol/L水  
34 酸化ナトリウム液0.2mLを加えるとき、液は黄色を呈する。  
35 この液に液が赤色を呈するまで0.01mol/L塩酸を加えるとき、  
36 その量は0.4mL以下である。

37 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.85gをとり、試験を行う。比較  
38 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.020%以下)。

39 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gを水30mL及び酢酸  
40 (100)2mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.3  
41 に調整し、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験  
42 を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

43 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

44 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

45 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、酢酸  
46 (100)20mLに溶かし、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩  
47 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
48 を行い、補正する。

49 0.1mol/L過塩素酸1mL=21.77mg  $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$

50 貯法

51 保存条件 遮光して保存する。

52 容器 気密容器。

## 1 エチレフリン塩酸塩錠

2 Etilefrine Hydrochloride Tablets

3 塩酸エチレフリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 エチレフリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ : 217.69)を含む。

6 製法 本品は「エチレフリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エチレフリン塩酸  
9 塩」5mgに対応する量をとり、薄めた塩酸(1→1000)60mL  
10 を加え、よく振り混ぜた後、更に薄めた塩酸(1→  
11 1000)40mLを加えてろ過する。ろ液につき、薄めた塩酸(1  
12 →1000)を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸  
13 収スペクトルを測定するとき、波長271～275nmに吸収の極  
14 大を示す。

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

17 本品1個をとり、薄めた塩酸(1→1000)60mLを加え、以下  
18 定量法を準用する。

19 エチレフリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$20 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$$

21  $M_S$ : 定量用塩酸エチレフリンの秤取量(mg)

22 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
23 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
24 70%以上である。

25 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
26 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
27 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
28 正確に量り、表示量に従い1mL中にエチレフリン塩酸塩  
29 ( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )約5 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて  
30 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸エチ  
31 レフリンを105℃で4時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、  
32 水に溶かし、正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、  
33 水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
34 及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
35 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
36 エチレフリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

37 エチレフリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶  
38 出率(%)

$$39 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

40  $M_S$ : 定量用塩酸エチレフリンの秤取量(mg)

41  $C$ : 1錠中のエチレフリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )の表示  
42 量(mg)

43 試験条件

44 定量法の試験条件を準用する。

45 システム適合性

46 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
47 操作するとき、エチレフリンのピークの理論段数及び  
48 シンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、0.9～  
49 1.2以下である。

50 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
51 で試験を6回繰り返すとき、エチレフリンのピーク面  
52 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

53 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
54 とする。エチレフリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )約5mgに対  
55 応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1000)60mLを加え、  
56 10分間振り混ぜた後、薄めた塩酸(1→1000)を加えて正確に  
57 100mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液  
58 を試料溶液とする。別に定量用塩酸エチレフリンを105℃で  
59 4時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、薄めた塩酸(1→  
60 1000)に溶かし、正確に100mLとする。更にこの液10mLを  
61 正確に量り、薄めた塩酸(1→1000)を加えて、正確に100mL  
62 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを  
63 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
64 より試験を行い、それぞれの液のエチレフリンのピーク面積  
65  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

66 エチレフリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO_2 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$67 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$$

68  $M_S$ : 定量用塩酸エチレフリンの秤取量(mg)

69 試験条件

70 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 220nm)

71 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
72 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
73 ゲルを充てんする。

74 カラム温度: 40℃付近の一定温度

75 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム5gを水940mL及びア  
76 セトニトリル500mLに溶かし、リン酸を加えて  
77 pH2.3に調整する。

78 流量: エチレフリンの保持時間が約6分になるように調  
79 整する。

80 システム適合性

81 システムの性能: 硫酸バメタン4mg及び塩酸エチレフ  
82 リン4mgを、移動相に溶かし、50mLとする。この液  
83 20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、エチレフ  
84 リン、バメタンの順に溶出し、その分離度は5以上で  
85 ある。

86 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
87 で試験を6回繰り返すとき、エチレフリンのピーク面  
88 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

89 貯法

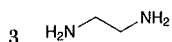
90 保存条件 遮光して保存する。

91 容器 気密容器。

1 エチレンジアミン

1 エチレンジアミン

2 Ethylenediamine



4  $C_2H_8N_2$  : 60.10

5 Ethane-1,2-diamine

6 [107-15-3]

7 本品は定量するとき、エチレンジアミン( $C_2H_8N_2$ )97.0%  
8 以上を含む。

9 性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、アンモニアような特異  
10 なにおいがある。

11 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和す  
12 る。

13 本品は腐食性及び刺激性がある。

14 本品は空气中に放置するとき、徐々に変化する。

15 比重  $d_{20}^{20}$  : 約0.898

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である。

18 (2) 本品2滴を硫酸銅(Ⅱ)試液2mLを加えて振り混ぜると  
19 き、青紫色を呈する。

20 (3) 本品0.04gに塩化ベンゾイル6滴及び水酸化ナトリウ  
21 ム溶液(1→10)2mLを加え、時々振り混ぜながら2～3分間加  
22 温する。生じた白色の沈殿をろ取し、水で洗い、エタノール  
23 (95)8mLを加え加温して溶かす。直ちに水8mLを加え、冷  
24 却し、生じた結晶をろ取し、水で洗い、105℃で1時間乾燥  
25 するとき、その融点(2.60)は247～251℃である。

26 純度試験

27 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをろつばに量り、水浴上で  
28 蒸発乾固した後、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。  
29 以下第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液  
30 2.0mLを加える(20ppm以下)。

31 (2) 蒸発残留物 本品5mLを正確に量り、水浴上で蒸発  
32 した後、残留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき、そ  
33 の量は3.0mg以下である。

34 蒸留試験(2.57) 114～119℃, 95vol%以上。

35 定量法 本品約0.7gを水25mLを入れた共栓三角フラスコに精  
36 密に量り、水50mLを加え、1mol/L塩酸で滴定(2.50)する  
37 (指示薬：プロモフェノールブルー試液3滴)。

38 1mol/L塩酸1mL=30.05mg  $C_2H_8N_2$

39 貯法

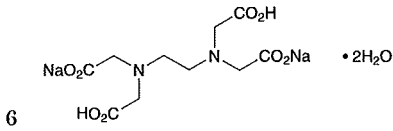
40 保存条件 遮光して、ほとんど全満して保存する。

41 容器 気密容器。



1 エデト酸ナトリウム水和物

- 1 エデト酸ナトリウム水和物
- 2 Disodium Edetate Hydrate
- 3 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム
- 4 エデト酸ナトリウム
- 5 EDTAナトリウム



- 7  $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$  : 372.24
- 8 Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate dihydrate
- 9 [6381-92-6]

10 本品は定量するとき、エデト酸ナトリウム水和物  
11 ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ )99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
13 わずかに酸味がある。

14 本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)又はジエチル  
15 エーテルにほとんど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gを水5mLに溶かし、クロム酸カリウム溶液  
18 (1→200)2mL及び三酸化二ヒ素試液2mLを加え、水浴中で2  
19 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

20 (2) 本品0.5gを水20mLに溶かし、希塩酸1mLを加えると  
21 き、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水50mLで洗い、  
22 105℃で1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は240~244℃  
23 (分解)である。

24 (3) 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応(1)  
25 (1.09)を呈する。

26 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.3~  
27 4.7である。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
30 明である。

31 (2) シアン化物 本品1.0gを丸底フラスコにとり、水  
32 100mLに溶かし、リン酸10mLを加えて蒸留する。受器には  
33 あらかじめ0.5mol/L水酸化ナトリウム液15mLを入れた  
34 100mLのメスシリンダーを用い、これに冷却器の先端を浸  
35 し、全量が100mLとなるまで蒸留し、試料溶液とする。試  
36 料溶液20mLを共栓試験管にとり、フェノールフタレイン試  
37 液1滴を加え、希酢酸で中和し、pH6.8のリン酸塩緩衝液  
38 5mL及び薄めたトルエンスルホンクロアミドナトリウム  
39 試液(1→5)1.0mLを加えて直ちに栓をして静かに混和した後、  
40 2~3分間放置し、ピリジン・ピラゾロン試液5mLを加えて  
41 よく混和し、20~30℃で50分間放置するとき、液の色は次  
42 の比較液より濃くない。

43 比較液：シアン標準液1.0mLを正確に量り、0.5mol/L水酸  
44 化ナトリウム液15mL及び水を加えて正確に1000mLと  
45 する。この液20mLを共栓試験管にとり、以下試料溶液  
46 と同様に操作する。

47 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとる、第2法により操作し、  
48 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

49 下)。

50 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとる、第1法により検液を調  
51 製し、試験を行う(2ppm以下)。

52 強熱残分(2.44) 37~39%(1g)。

53 定量法 本品約1gを精密に量り、水50mLに溶かし、pH10.7  
54 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え、  
55 0.1mol/L亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬：エリオクロムブ  
56 ラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)。ただし、滴定の終  
57 点は、液の青色が赤色に変わるときとする。

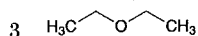
58 0.1mol/L亜鉛液1mL=37.22mg  $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

59 貯法 容器 密閉容器。

1 エーテル

1 エーテル

2 Ether



4  $C_4H_{10}O$  : 74.12

5 Diethyl ether

6 [60-29-7]

7 本品はエーテル( $C_4H_{10}O$ )96~98%を含む(比重による).

8 本品は少量のエタノール及び水を含む.

9 本品は麻酔用に使用できない.

10 性状 本品は無色澄明の流動しやすい液で、特異なおいがある.

11 本品はエタノール(95)と混和する.

12 本品は水にやや溶けやすい.

13 本品は極めて揮発しやすく、引火しやすい.

14 本品は空気及び光によって徐々に酸化され、過酸化物を生じる.

15 本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する.

16 沸点 : 35~37°C

17 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 0.718~0.721

18 純度試験

19 (1) 異臭 本品10mLを蒸発皿にとり、揮発して1mLとするとき、異臭はない。また、残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき、異臭を發しない。

20 (2) 酸 薄めたエタノール(4→5)10mL及びフェノールフタレイン試液0.5mLを50mLの共栓フラスコに入れ、0.02mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し、液が赤色を呈し、振り混ぜてその色が30秒間持続する赤色を呈するようにする。この液に本品25mLを加え、密栓し、穏やかに振り混ぜた後、再び振り混ぜながら、0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.40mLを加えるとき、液の色は赤色である。

21 (3) アルデヒド 本品10mLをネスラー管にとり、水酸化カリウム試液1mLを加え、光を遮り、しばしば振り混ぜ2時間放置するとき、ジエチルエーテル層及び水層は着色しない。

22 (4) 過氧化物 本品10mLをネスラー管にとり、新たに製したヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加えて1分間振り混ぜた後、デンプン試液1mLを加えてよく振り混ぜるとき、ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない。

23 (5) 蒸発残留物 本品140mLを蒸発し、残留物を105°Cで1時間乾燥するとき、その量は1.0mg以下である。

24 貯法

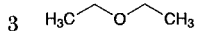
25 保存条件 全満せずに入れ、遮光して、火気を避け、25°C以下で保存する。

26 容器 気密容器。

1 麻酔用エーテル

1 麻酔用エーテル

2 Anesthetic Ether



4 C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O : 74.12

5 Diethyl ether

6 [60-29-7]

7 本品はエーテル(C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O)96~98%を含む(比重による).

8 本品は少量のエタノール及び水を含み, 安定剤を加えるこ  
9 とができる.

10 本品は容器から取り出した後, 24時間以上経過したとき  
11 は麻酔用に使用できない.

12 性状 本品は無色澄明の流動しやすい液で, 特異なおいがあ  
13 る.

14 本品はエタノール(95)と混和する.

15 本品は水にやや溶けやすい.

16 本品は極めて揮発しやすく, 引火しやすい.

17 本品は空気及び光によって徐々に酸化され, 過酸化物を生  
18 じる.

19 本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する.

20 沸点 : 35~37°C

21 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 0.718~0.721

22 純度試験

23 (1) 異臭 本品10mLを蒸発皿にとり, 揮発して1mLとす  
24 るとき, 異臭はない. また, 残液を無臭のろ紙上に滴下して  
25 揮発させるとき, 異臭を発しない.

26 (2) 酸 薄めたエタノール(4→5)10mL及びフェノールフ  
27 タレイン試液0.5mLを50mLの共栓フラスコに入れ,  
28 0.02mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し, 液が赤色を呈し,  
29 振り混ぜてその色が30秒間持続する赤色を呈するようにす  
30 る. この液に本品25mLを加え, 密栓し, 穏やかに振り混ぜ  
31 た後, 再び振り混ぜながら, 0.02mol/L水酸化ナトリウム液  
32 0.40mLを加えるとき, 液の色は赤色である.

33 (3) アルデヒド 本品10mL及び亜硫酸水素ナトリウム溶  
34 液(1→1000)1mLをあらかじめ200mLの共栓フラスコに入れ  
35 た水100mLに加え, 密栓して10秒間激しく振り混ぜ, 遮光  
36 して冷所に30分間放置する. 次にデンプン試液2mLを加え,  
37 液が微青色を呈するまで, 0.01mol/Lヨウ素液を滴加する.  
38 これに炭酸水素ナトリウム約2gを加えて振り混ぜ, 液の青  
39 色を消した後, 薄めた0.01mol/Lヨウ素液(9→40)1mLを加  
40 えるとき, 液は青色を呈する. ただし, 操作中の溶液の温度  
41 は18°C以下とする.

42 (4) 過氧化物 本品10mLをネスラー管にとり, 新たに製  
43 したヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加え, 光を遮り, し  
44 ばしば振り混ぜ1時間放置し, デンプン試液1mLを加えてよ  
45 く振り混ぜるとき, ジエチルエーテル層及び水層は呈色しな  
46 い.

47 (5) 蒸発残留物 本品50mLを蒸発し, 残留物を105°Cで1  
48 時間乾燥するとき, その量は1.0mg以下である.

49 貯法

50 保存条件 全満せずに入れ, 遮光して, 火気を避け, 25°C

51 以下で保存する.

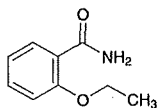
52 容器 気密容器.

1 エテンザミド

1 エテンザミド

2 Ethenzamide

3 エトキシベンズアミド



5  $C_9H_{11}NO_2$  : 165.19

6 2-Ethoxybenzamide

7 [938-73-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エテンザミド  
9 ( $C_9H_{11}NO_2$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール、エタノール(95)又はアセトンにやや溶  
12 けやすく、水にほとんど溶けない。

13 本品は約105℃でわずかに昇華し始める。

14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエテンザミド標準  
18 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると  
19 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
20 収を認める。

21 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
22 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
23 本品の参照スペクトル又はエテンザミド標準品のスペクトル  
24 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
25 様の強度の吸収を認める。

26 融点(2.60) 131~134℃

27 純度試験

28 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gをアセトン30mLに溶かし、  
29 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
30 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.7mLにアセトン  
31 30mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.050%以  
32 下)。

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gをアセトン30mLに溶かし、  
34 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
35 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLにアセトン  
36 30mL、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以  
37 下)。

38 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
40 下)。

41 (4) ヒ素(1.11) 本品0.40gに硝酸カリウム0.3g及び無水  
42 炭酸ナトリウム0.5gを加えてよくかき混ぜ、徐々に加熱し、  
43 冷後、残留物を希硫酸10mLに溶かし、白煙が発生するまで  
44 加熱し、冷後、注意して水を加えて5mLとする。これを検  
45 液とし、試験を行う(5ppm以下)。

46 (5) サリチルアミド 本品0.20gを薄めたエタノール(2→  
47 3)15mLに溶かし、希塩化鉄(III)試液2~3滴を加えるとき、  
48 液は紫色を呈しない。

49 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, シリカゲル, 3時間)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品及びエテンザミド標準品を乾燥し、その約20mg  
52 ずつを精密に量り、それぞれに70mLのエタノール(95)を加  
53 え、加温して溶かす。冷後、エタノール(95)を加えて正確に  
54 100mLとする。これらの液5mLずつを正確に量り、エタノ  
55 ール(95)を加えて正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液  
56 とする。試料溶液及び標準溶液につき、エタノール(95)を対  
57 照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
58 波長290nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

59 エテンザミド( $C_9H_{11}NO_2$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

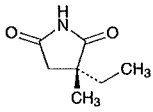
60  $M_S$ : エテンザミド標準品の秤取量(mg)

61 貯法 容器 密閉容器。

1 エトスクシミド

1 エトスクシミド

2 Ethosuximide



3 及び鏡像異性体

4  $C_7H_{11}NO_2$  : 141.17

5 (2*RS*)-2-Ethyl-2-methylsuccinimide

6 [77-67-8]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、エトスクシ  
8 ミド( $C_7H_{11}NO_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色のパラフィン状の固体又は粉末で、においは  
10 ないか、又はわずかに特異なおいがある。

11 本品はメタノール、エタノール(95)、ジエチルエーテル又  
12 は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、水に溶  
13 けやすい。

14 融点：約48°C

15 確認試験

16 (1) 本品0.2gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて煮沸  
17 するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

18 (2) 本品0.05gをエタノール(95)1mLに溶かし、酢酸銅  
19 (Ⅱ)-水合物溶液(1→100)3滴を加え、わずかに加温した後、  
20 水酸化ナトリウム試液1~2滴を滴加するとき、液は紫色を  
21 呈する。

22 (3) 本品のエタノール(95)溶液(1→2000)につき、紫外可  
23 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
24 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
25 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
26 める。

27 純度試験

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

30 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)。

32 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
34 下)。

35 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (5) 酸無水物 本品0.50gをエタノール(95)1mLに溶かし、  
38 塩酸ヒドロキシアニモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて  
39 5分間放置した後、水3mLを加えて混和する。5分間放置し  
40 た後に比較するとき、液の赤~赤紫色は次の比較液より濃く  
41 ない。

42 比較液：無水コハク酸70mgをエタノール(95)に溶かし、  
43 正確に100mLとする。この液1.0mLに塩酸ヒドロキシ  
44 アンモニウム・塩化鉄(Ⅲ)試液1mLを加え、以下同様に  
45 操作する。

46 (6) シアン化物 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶か  
47 し、硫酸鉄(Ⅱ)試液3滴、水酸化ナトリウム試液1mL及び塩  
48 化鉄(Ⅲ)試液2~3滴を加え、穏やかに加温した後、希硫酸を

49 加えて酸性にするととき、15分以内に青色の沈殿を生じない  
50 か又は青色を呈しない。

51 水分(2.48) 0.5%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品約0.2gを精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミ  
54 ド20mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒド  
55 ロキシド液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で  
56 空試験を行い、補正する。

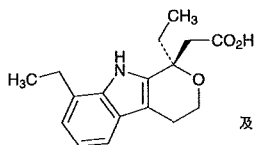
57 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
58 = 14.12mg  $C_7H_{11}NO_2$

59 貯法 容器 気密容器。

1 エトドラク

1 エトドラク

2 Etodolac



及び鏡像異性体

4 C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> : 287.35

5 2-[(1*R*S)-1,8-Diethyl-1,3,4,9-

6 tetrahydropyrano[3,4-*b*]indol-1-yl]acetic acid

7 [41340-25-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エトドラク

9 (C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく、水

12 にほとんど溶けない。

13 本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない。

14 融点：約147°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(3→200000)につき、紫

17 外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、

18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、

19 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を

20 認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭

22 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

23 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同

24 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

25 純度試験

26 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、

27 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

28 下)。

29 (2) 類縁物質 本品0.5gをメタノール10mLに溶かし、試

30 料溶液とする。この液2mLを正確に量り、メタノールを加

31 えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メタ

32 ノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液(1)とする。標準

33 溶液(1)4mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に

34 10mLとし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層ク

35 ロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。薄層クロマト

36 グラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層

37 板を、L-アスコルビン酸0.5gをメタノール/水混液(4 :

38 1)100mLに溶かした液を2cmの高さまで入れた展開槽に入れ、

39 下端から3cmの高さまで展開した後、30分間風乾する。こ

40 の薄層板の下端から2.5cmの位置に試料溶液、標準溶液(1)

41 及び標準溶液(2)10μLずつを速やかにスポットし、直ちに、

42 トルエン/エタノール(95)/酢酸(100)混液(140 : 60 : 1)を

43 展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。こ

44 れに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得

45 た主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポ

46 ットより濃くなく、標準溶液(2)から得たスポットより濃い

47 スポットは2個以下である。

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

49 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、エタノール

51 (99.5)50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定

52 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補

53 正する。

54 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=28.74mg C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>

55 貯法

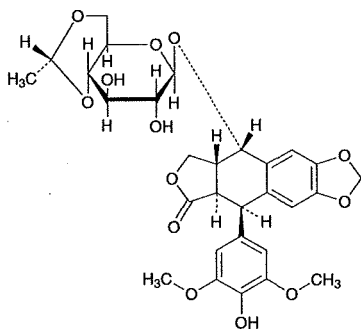
56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

1 エトポシド

1 エトポシド

2 Etoposide



3

4  $C_{29}H_{32}O_{13}$  : 588.56

5 (5*R*,5*aR*,8*aR*,9*S*)-9-[[4,6-*O*-(1*R*)-Ethylidene-β-D-

6 glucopyranosyl]oxy]-5-(4-hydroxy-

7 3,5-dimethoxyphenyl)-5,8,8*a*,9-

8 tetrahydrofuro[3',4' : 6,7]naphtho[2,3-*d*][1,3]dioxol-

9 6(5*aH*)-one

10 [33419-42-0]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、エトポシド  
12 ( $C_{29}H_{32}O_{13}$ )98.0~102.0%を含む。

13 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(99.5)に  
15 溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

16 融点：約260℃(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視  
19 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエトポシド標準品  
21 について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。

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

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -100~-105°(脱水物に換算したも  
30 の0.1g, メタノール, 20mL, 100mm)。

31 純度試験

32 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。

35 (2) 類縁物質 本品50mgをメタノール10mLに溶かし、  
36 移動相を加えて50mLとし、試料溶液とする。この液2mLを  
37 正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標準溶液  
38 とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次  
39 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
40 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
41 るとき、試料溶液のエトポシド以外のピークの面積は、標準  
42 溶液のエトポシドのピーク面積の1/5より大きくない。ま

43 た、試料溶液のエトポシド以外のピークの合計面積は、標準  
44 溶液のエトポシドのピーク面積の1/2より大きくない。

45 試験条件

46 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
47 の試験条件を準用する。

48 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエトポシドの保持  
49 時間の約3倍の範囲

50 システム適合性

51 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

52 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
53 えて正確に10mLとする。この液50μLから得たエト  
54 ポシドのピーク面積が標準溶液のエトポシドのピーク  
55 面積の7~13%になることを確認する。

56 システムの再現性：標準溶液50μLにつき、上記の条件  
57 で試験を6回繰り返すとき、エトポシドのピーク面積  
58 の相対標準偏差は2.0%以下である。

59 水分(2.48) 4.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

60 強熱残渣(2.44) 0.1%以下(1g)。

61 定量法 本品及びエトポシド標準品(別途本品と同様の方法で  
62 水分(2.48)を測定しておく)約25mgずつを精密に量り、そ  
63 れぞれをメタノールに溶かし、正確に25mLとする。この液  
64 10mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5mLずつを  
65 正確に加えた後、移動相を加えて50mLとし、試料溶液及び  
66 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μLにつき、次の  
67 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
68 内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の  
69 比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

70 エトポシド( $C_{29}H_{32}O_{13}$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

71  $M_S$  : 脱水物に換算したエトポシド標準品の秤取量(mg)

72 内標準溶液 2,6-ジクロロフェノールのメタノール溶液  
73 (3→2500)

74 試験条件

75 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：290nm)

76 カラム：内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
77 10μmの液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化  
78 シリカゲルを充てんする。

79 カラム温度：35℃付近の一定温度

80 移動相：硫酸ナトリウム十水和物6.44gを薄めた酢酸  
81 (100)(1→100)に溶かし、1000mLとした液にアセト  
82 ニトリル250mLを加える。

83 流量：エトポシドの保持時間が約20分になるように調  
84 整する。

85 システム適合性

86 システムの性能：本品10mgをメタノール2mLに溶かし、  
87 移動相8mLを加えてよく振り混ぜる。薄めた酢酸  
88 (100)(1→25)0.1mL及びフェノールフタレイン試液  
89 0.1mLを加え、液がわずかに赤色を呈するまで水酸化  
90 ナトリウム試液を加える。15分間放置後、薄めた酢  
91 酸(100)(1→25)0.1mLを加える。この液10μLにつき、  
92 上記の条件で操作するとき、エトポシド及びエトポシ  
93 ドのピークに対する相対保持時間が約1.3のピークの  
94 分離度は3以上である。

## 2. エトボシド

- 95 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
97 に対するエトボシドのピーク面積の比の相対標準偏差  
98 は1.0%以下である。
- 99 貯法
- 100 保存条件 遮光して保存する。
- 101 容器 気密容器。

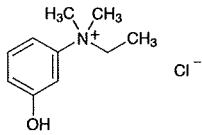


1 エドロホニウム塩化物

1 エドロホニウム塩化物

2 Edrophonium Chloride

3 塩化エドロホニウム



5  $C_{10}H_{16}ClNO$  : 201.69

6 *N*-Ethyl-3-hydroxy-*N,N*-dimethylanilinium chloride

7 [116-38-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エドロホニウム塩化  
9 物( $C_{10}H_{16}ClNO$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸  
12 (100)に溶けやすく、無水酢酸又はジエチルエーテルにはほ  
13 んど溶けない。

14 本品は吸湿性である。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLに塩化鉄(III)試液1滴を加  
18 えると、液は淡赤紫色を呈する。

19 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき、紫  
20 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
21 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエドロホニウ  
22 ム塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
23 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
24 様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
26 する。

27 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～  
28 5.0である。

29 融点(2.60) 166～171℃(分解)。

30 純度試験

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

33 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
35 下)。

36 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
37 製し、試験を行う(2ppm以下)。

38 (4) 類縁物質 本品0.50gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
39 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
40 を加えて正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、  
41 エタノール(95)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。  
42 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
43 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマ  
44 トグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
45 層板にスポットする。次にメタノール/クロロホルム/アン  
46 モニア水(28)混液(16:4:1)を展開溶媒として約10cm展開  
47 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を  
48 照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポット

49 は、標準溶液から得たスポットより濃くない。

50 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 3時  
51 間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、無水酢酸/  
54 酢酸(100)混液(7:3)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で  
55 滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
56 補正する。

57 0.1mol/L過塩素酸1mL=20.17mg  $C_{10}H_{16}ClNO$

58 貯法

59 保存条件 遮光して保存する。

60 容器 気密容器。

# 1 エドロホニウム塩化物注射液

## 1 エドロホニウム塩化物注射液

2 Edrophonium Chloride Injection

3 塩化エドロホニウム注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
6 エドロホニウム塩化物( $C_{10}H_{16}ClNO$ : 201.69)を含む。

7 製法 本品は「エドロホニウム塩化物」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

### 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「エドロホニウム塩化物」0.04g  
12 に対応する容量をとり、硝酸バリウム試液4mLを加えて振  
13 り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、「エドロホニウム塩化  
14 物」の確認試験(1)を準用する。

15 (2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
16 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長272～  
17 276nmに吸収の極大を示す。

18 pH (2.54) 6.5～8.0

19 エンドトキシン (4.01) 15EU/mg未満。

20 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

23 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
24 適合する。

25 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
26 品のエドロホニウム塩化物( $C_{10}H_{16}ClNO$ )約50mgに対応する  
27 容量を正確に量り、カラム(50～150 $\mu$ mの弱塩基性DEAE-  
28 架橋デキストラン陰イオン交換体(Cl型)10mLを内径約2cm、  
29 高さ約10cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したも  
30 の)に入れ、水25mLを用いて1分間1～2mLの速度で流出す  
31 る。次に水25mLを用いて1分間1～2mLの速度でカラムを2  
32 回洗う。洗液は先の流出液に合わせ、水を加えて正確に  
33 100mLとする。この液10mLを正確に量り、pH8.0のリン酸  
34 塩緩衝液10mL及び塩化ナトリウム5gを加え、ジエチルエー  
35 テル/ヘキサン混液(1:1)20mLで4回洗い、水層を分取し、  
36 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、試料溶液と  
37 する。別にエドロホニウム塩化物標準品をデシケーター(減  
38 圧、酸化リン(V))で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量  
39 り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確  
40 に量り、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶  
41 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)によ  
42 り試験を行い、波長273nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
43 する。

44 エドロホニウム塩化物( $C_{10}H_{16}ClNO$ )の量(mg)

$$45 = M_S \times A_T / A_S$$

46  $M_S$ : エドロホニウム塩化物標準品の秤取量(mg)

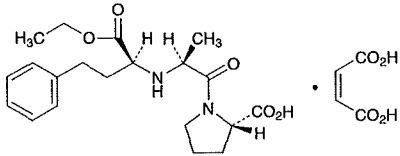
### 47 貯法

48 保存条件 遮光して保存する。

49 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 エナラプリルマレイン酸塩

- 2 Enalapril Maleate  
3 マレイン酸エナラプリル



- 4  
5  $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$  : 492.52  
6 (2S)-1-[(2S)-2-[(1S)-1-Ethoxycarbonyl-  
7 3-phenylpropylamino]propanoyl]pyrrolidine-2-carboxylic  
8 acid monomaleate  
9 [76095-16-4]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、エナラプリルマレイ  
11 ン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )98.0~102.0%を含む。  
12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
13 本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノール(99.5)  
14 にやや溶けにくく、アセトニトリルに溶けにくい。

15 融点：約145°C(分解)。  
16 確認試験  
17 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
18 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
19 品の参照スペクトル又はエナラプリルマレイン酸塩標準品の  
20 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
21 ところに同様の強度の吸収を認める。  
22 (2) 本品20mgに1mol/L塩酸試液5mLを加えて振り混ぜた  
23 後、ジエチルエーテル5mLを加えて5分間振り混ぜる。上層  
24 3mLをとり、水浴上でジエチルエーテルを留去して得た残  
25 留物に水5mLを加えて振り混ぜた後、過マンガン酸カリウ  
26 ム試液1滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。  
27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -41.0~-43.5°(乾燥後, 0.25g, メ  
28 タノール, 25mL, 100mm)。

29 純度試験  
30 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。  
33 (2) 類縁物質 本品30mgをpH2.5のリン酸二水素ナトリ  
34 ウム試液/アセトニトリル混液(19:1)100mLに溶かし、試  
35 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、pH2.5のリン酸二  
36 水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(19:1)を加えて  
37 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
38 液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
39 ィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
40 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレイ  
41 ン酸及びエナラプリル以外のピーク面積は、標準溶液のエ  
42 ナラプリルのピーク面積より大きくない。また、試料溶液の  
43 マレイン酸及びエナラプリル以外のピークの合計面積は、標  
44 準溶液のエナラプリルのピーク面積の2倍より大きくない。

45 試験条件  
46 検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 移動相の送液及  
47 び流量は定量法の試験条件を準用する。

48 面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からエナラプリ  
49 ルの保持時間の約2倍の範囲  
50 システム適合性  
51 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、pH2.5のリン  
52 酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(19:  
53 1)を加えて正確に10mLとする。この液50μLから得た  
54 エナラプリルのピーク面積が、標準溶液のエナラプリ  
55 ルのピーク面積の7~13%になることを確認する。  
56 システムの性能：標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
57 操作するとき、エナラプリルのピークの理論段数及び  
58 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下  
59 である。  
60 システムの再現性：標準溶液50μLにつき、上記の条件  
61 で試験を6回繰り返すとき、エナラプリルのピーク面  
62 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

63 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 60°C, 2時間)。  
64 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。  
65 定量法 本品及びエナラプリルマレイン酸塩標準品を乾燥し、  
66 その約30mgずつを精密に量り、それぞれをpH2.5のリン酸  
67 二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(19:1)に溶か  
68 し、正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試  
69 料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液  
70 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれ  
71 の液のエナラプリルのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

72 エナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の量(mg)  
73  $= M_S \times A_T / A_S$   
74  $M_S$  : エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

75 試験条件  
76 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)  
77 カラム：内径4.1mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
78 の液体クロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニ  
79 ルベンゼン共重合体を充てんする。  
80 カラム温度：70°C付近の一定温度  
81 移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水  
82 900mLに溶かし、水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加  
83 えてpH6.8に調整し、水を加えて1000mLとする。こ  
84 の液950mLに液体クロマトグラフィー用アセトニト  
85 リル50mLを加える。  
86 移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.1gを水  
87 900mLに溶かし、水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加  
88 えてpH6.8に調整し、水を加えて1000mLとする。こ  
89 の液340mLに液体クロマトグラフィー用アセトニト  
90 リル660mLを加える。  
91 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
92 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0	95	5
0 ~ 20	95 → 40	5 → 60
20 ~ 25	40	60

93 流量：毎分1.4mL  
94 システム適合性

## 2 エナラプリルマレイン酸塩

- 95 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
96 操作するとき、エナラプリルのピークの理論段数及び  
97 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下  
98 である。  
99 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
100 で試験を6回繰り返すとき、エナラプリルのピーク面  
101 積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
102 貯法 容器 密閉容器。

## 1 エナラプリルマレイン酸塩錠

2 Enalapril Maleate Tablets

3 マレイン酸エナラプリル錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 エナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ : 492.52)  
6 を含む。

7 製法 本品は「エナラプリルマレイン酸塩」をとり、錠剤の製  
8 法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エナラプリルマレ  
10 イン酸塩」50mgに対応する量を取り、メタノール20mLを  
11 加えて振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
12 別にマレイン酸エナラプリル25mgをメタノール10mLに溶  
13 かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
14 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
15 20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
16 り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/アセ  
17 トン/1-ブタノール/酢酸(100)/トルエン混液(1:1:1:  
18 1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
19 る。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液  
20 から得た2個のスポット及び標準溶液から得た2個のスポッ  
21 トのそれぞれのR<sub>f</sub>値は等しい。

22 純度試験 エナラプリラート及びエナラプリルジケトピペラジ  
23 ン体 定量法の試料溶液を試料溶液とする。この液1mLを  
24 正確に量り、pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて  
25 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
26 液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
27 ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピー  
28 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエナ  
29 プリルに対する相対保持時間約0.5のエナラプリラートのピ  
30 ーク面積は、標準溶液のエナラプリルのピーク面積の2倍よ  
31 り大きくない。また、試料溶液のエナラプリルに対する相  
32 対保持時間約1.5のエナラプリルジケトピペラジン体のピー  
33 ク面積は、標準溶液のエナラプリルのピーク面積より大きく  
34 ない。

## 35 試験条件

36 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
37 の試験条件を準用する。

## 38 システム適合性

39 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。  
40 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、pH2.2のリン  
41 酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に10mLとする。  
42 この液50 $\mu$ Lから得たエナラプリルのピーク面積が、  
43 標準溶液のエナラプリルのピーク面積の7~13%にな  
44 ることを確認する。

45 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、エナラプリルのピーク面  
47 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

50 本品1個をとり、pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液V  
51 /2mLを加えて15分間超音波処理し、更に30分間振り混ぜ  
52 た後、1mL中にエナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot$

53  $C_4H_4O_4$ )約0.1mgを含む液となるように、pH2.2のリン酸二  
54 水素ナトリウム試液を加えて正確にV mLとする。この液を  
55 15分間超音波処理し、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィル  
56 ターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用す  
57 る。

58 エナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の量(mg)  
59  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

60  $M_S$ : エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

61 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
62 毎分50回転で試験を行うとき、2.5mg錠及び5mg錠の15分  
63 間の溶出率及び10mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ85%以  
64 上である。

65 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
66 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
67 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
68 正確に量り、表示量に従い1mL中にエナラプリルマレイン  
69 酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )約2.8 $\mu$ gを含む液となるように水  
70 を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にエナラ  
71 プリルマレイン酸塩標準品を60°Cで2時間減圧乾燥し、その  
72 約14mgを精密に量り、水に溶かし、正確に500mLとする。  
73 この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標  
74 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にと  
75 り、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験  
76 を行い、それぞれの液のエナラプリルのピーク面積A<sub>T</sub>及び  
77 A<sub>S</sub>を測定する。

78 エナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量  
79 に対する溶出率(%)

$$80 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

81  $M_S$ : エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

82 C: 1錠中のエナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot$   
83  $C_4H_4O_4$ )の表示量(mg)

## 84 試験条件

85 検出器、カラム、カラム温度及び流量は定量法の試験条  
86 件を準用する。

87 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物1.88gを水  
88 900mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.2に調整した  
89 後、水を加えて1000mLとする。この液750mLにア  
90 セトニトリル250mLを加える。

## 91 システム適合性

92 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、エナラプリルのピークの理論段数及び  
94 シンメトリー係数は、それぞれ300段以上、2.0以下  
95 である。

96 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、エナラプリルのピーク面  
98 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

99 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
100 とする。エナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )  
101 約10mgに対応する量を精密に量り、pH2.2のリン酸二水素  
102 ナトリウム試液50mLを加えて15分間超音波処理し、更に30  
103 分間振り混ぜた後、pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液を

## 2 エナラプリルマレイン酸塩錠

104 加えて正確に100mLとする。この液を15分間超音波処理し、  
105 孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を  
106 試料溶液とする。別にエナラプリルマレイン酸塩標準品を  
107 60°Cで2時間減圧乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
108 pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液に溶かし、正確に  
109 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ L  
110 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
111 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のエナラプリルの  
112 ピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

113 エナラプリルマレイン酸塩( $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ )の量(mg)  
114  $= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

115  $M_S$ : エナラプリルマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

### 116 試験条件

117 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 215nm)

118 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
119 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
120 ゲルを充てんする。

121 カラム温度: 50°C付近の一定温度

122 移動相: pH2.2のリン酸二水素ナトリウム試液/アセト  
123 ニトリル混液(3:1)

124 流量: エナラプリルの保持時間が約5分となるように調  
125 整する。

### 126 システム適合性

127 システムの性能: マレイン酸エナラプリル約20mgを加  
128 熱融解する。冷後、アセトニトリル50mLを加え、超  
129 音波処理して溶かす。この液1mLに標準溶液を加え  
130 て50mLとし、システム適合性試験用溶液とする。シ  
131 ステム適合性試験用溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
132 操作するとき、エナラプリル、エナラプリルに対する  
133 相対保持時間約1.5のエナラプリルジケトピペラジン  
134 体の順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

135 システムの再現性: システム適合性試験用溶液50 $\mu$ Lに  
136 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、エナラ  
137 プリルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下であ  
138 る。

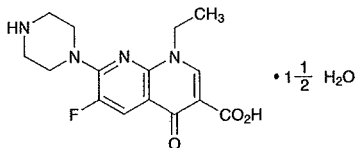
139 貯法 容器 密閉容器。

1 エノキサシン水和物

1 エノキサシン水和物

2 Enoxacin Hydrate

3 エノキサシン



5  $C_{15}H_{17}FN_4O_3 \cdot 1\frac{1}{2} H_2O$  : 347.34

6 1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydro-

7 1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid sesquihydrate

8 [84294-96-2]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、エノキサシン  
10 ( $C_{15}H_{17}FN_4O_3$  : 320.32)98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である。  
12 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、  
13 クロロホルムに極めて溶けにくく、水、エタノール(95)又は  
14 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 確認試験

18 (1) 本品0.02g及びナトリウム0.05gを試験管に入れ、注意  
19 して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール0.5mL  
20 を加え、更に水5mLを加えて沸騰するまで加熱する。この  
21 液に希酢酸2mLを加えてろ過した液はフッ化物の定性反応  
22 (2) (1.09) を呈する。

23 (2) 本品0.05gを希水酸化ナトリウム試液に溶かし、  
24 100mLとする。この液1mLをとり、水を加えて100mLとし  
25 た液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペ  
26 クトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル  
27 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
28 様の強度の吸収を認める。

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

33 融点 (2.60) 225～229°C(乾燥後)。

34 純度試験

35 (1) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0gを希水酸化ナトリウム試液  
36 50mLに溶かし、希塩酸10mLを加えて振り混ぜた後、遠心  
37 分離する。上澄液をろ過し、ろ液30mLをとり、水を加えて  
38 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は  
39 0.005mol/L硫酸0.50mL、希水酸化ナトリウム試液25mL、  
40 希塩酸5mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)。

41 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
42 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
43 下)。

44 (3) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
45 製し、試験を行う(2ppm以下)。

46 (4) 類縁物質 本品50mgをクロロホルム/メタノール混  
47 液(7:3)25mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正

48 確に量り、クロロホルム/メタノール混液(7:3)を加えて正  
49 確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
50 層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液  
51 及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
52 ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次  
53 に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒  
54 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外  
55 線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポ  
56 ット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃く  
57 ない。

58 乾燥減量 (2.41) 7.0～9.0%(1g, 105°C, 3時間)。

59 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
61 (100)30mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
62 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

63 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.03mg  $C_{15}H_{17}FN_4O_3$

64 貯法

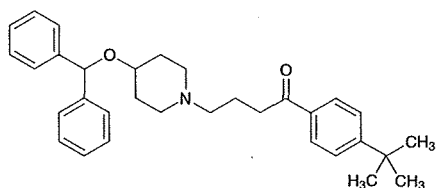
65 保存条件 遮光して保存する。

66 容器 気密容器。

1 エバスチン

1 エバスチン

2 Ebastine



3

4  $C_{32}H_{39}NO_2$  : 469.66

5 1-[4-(1,1-Dimethylethyl)phenyl]-4-[4-(diphenylmethoxy)

6 piperidin-1-yl]butan-1-one

7 [90729-43-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エバスチン  
9 ( $C_{32}H_{39}NO_2$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けや  
12 すく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水にほとんど溶け  
13 ない。

14 本品は光によって徐々に帯黄白色となる。

15 確認試験

16 (1) 本品20mgをエタノール(95)5mLに溶かし、1,3-ジニ  
17 トロベンゼン試液2mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加  
18 えて放置するとき、液は紫色~赤紫色を呈し、徐々に褐色に  
19 変わる。

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

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

29 融点(2.60) 84~87°C

30 純度試験

31 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
33 下)。ただし、白金るつぽを使用することができる。

34 (2) 類縁物質 本品0.10gを移動相50mLに溶かし、試料  
35 溶液とする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正  
36 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加  
37 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
38 準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
39 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
40 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエ  
41 バスチン以外のピークの面積は、標準溶液のエバスチンのピ  
42 ーク面積より大きくない。また、試料溶液のエバスチン以外  
43 のピークの合計面積は、標準溶液のエバスチンのピーク面積  
44 の4倍より大きくない。

45 試験条件

46 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

47 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
48 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
49 リカゲルを充てんする。

50 カラム温度：40°C付近の一定温度

51 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水  
52 900mLに溶かし、薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.0  
53 に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液  
54 375mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
55 625mLを加えた液にラウリル硫酸ナトリウム0.72gを  
56 溶かす。

57 流量：エバスチンの保持時間が約9分になるように調整  
58 する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエバスチンの保持  
60 時間の約2倍の範囲

61 システム適合性

62 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
63 えて正確に10mLとする。この液10μLから得たエバ  
64 スチンのピーク面積が、標準溶液のエバスチンのピー  
65 ク面積の35~65%になることを確認する。

66 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
67 操作するとき、エバスチンのピークの理論段数及びシ  
68 ンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以下で  
69 ある。

70 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、エバスチンのピーク面積  
72 の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 (3) 残留溶媒 別に規定する。

74 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、60°C、  
75 2時間)。

76 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

77 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
78 (100)60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
79 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

80 0.1mol/L過塩素酸1mL=46.97mg  $C_{32}H_{39}NO_2$

81 貯法

82 保存条件 遮光して保存する。

83 容器 密閉容器。



## 1 エバスタチン錠

## 2 Ebastine Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>: 469.66)を含む。

5 製法 本品は「エバスタチン」をとり、錠剤の製法により製する。  
6 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エバスタチン」  
7 30mgに対応する量を取り、メタノール70mLを加え、10分  
8 間振り混ぜた後、メタノールを加えて100mLとし、遠心分  
9 離する。上澄液5mLにメタノールを加えて100mLとした液  
10 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト  
11 ルを測定するとき、波長251～255nmに吸収の極大を示す。

12 純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「エバ  
13 スチン」50mgに対応する量を取り、液体クロマトグラフィー  
14 用メタノール30mLを加え、10分間振り混ぜた後、移動相を  
15 加えて50mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶  
16 液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
17 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
18 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
19 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
20 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエバスタ  
21 チン以外のピーク的面積は、標準溶液のエバスタチンのピーク面  
22 積より大きくない。また、試料溶液のエバスタチン以外のピー  
23 クの合計面積は、標準溶液のエバスタチンのピーク面積の2倍  
24 より大きくない。

## 試験条件

26 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条  
27 件を準用する。

28 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

29 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエバスタチンの保持  
30 時間の約3倍の範囲

## システム適合性

32 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
33 えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たエバ  
34 スチンのピーク面積が、標準溶液のエバスタチンの15  
35 ～25%になることを確認する。

36 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
37 操作するとき、エバスタチンのピークの理論段数及びシ  
38 ンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以下で  
39 ある。

40 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
41 で試験を6回繰り返すとき、エバスタチンのピーク面積  
42 の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

45 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液V/10mLを加え、時々  
46 振り混ぜながら、超音波処理により粒子を小さく分散させる。  
47 メタノール3V/5mLを加え、10分間振り混ぜた後、1mL中  
48 にエバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)約0.1mgを含む液となるようにメ  
49 タノールを加えて正確にV mLとする。この液を遠心分離し、  
50 上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
51 試料溶液とする。以下定量法を準用する。

52 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$53 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$$

54  $M_S$ ：定量用エバスタチンの秤取量(mg)

55 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

56 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第1液900mLを用い、パド  
57 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間  
58 の溶出率は75%以上である。

59 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
60 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
61 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
62 正確に量り、表示量に従い1mL中にエバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)  
63 約5.6 $\mu$ gを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mL  
64 とし、試料溶液とする。別に定量用エバスタチンを酸化リン  
65 (V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し、その約28mgを  
66 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。こ  
67 の液1mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100mLとし、  
68 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対  
69 照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
70 波長258nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

71 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$72 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

73  $M_S$ ：定量用エバスタチンの秤取量(mg)

74  $C$ ：1錠中のエバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

75 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
76 とする。エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)約20mgに対応する量を精  
77 密に量り、0.1mol/L塩酸試液20mLを加え、超音波処理によ  
78 り粒子を小さく分散させる。メタノール120mLを加え、10  
79 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に200mLとし、  
80 遠心分離する。上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mL  
81 を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用エバスタチンを酸  
82 化リン(V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し、その約  
83 50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLと  
84 する。この液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液5mL及  
85 びメタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正  
86 確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準溶液とする。  
87 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
88 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
89 ク面積に対するエバスタチンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
90 める。

91 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

92  $M_S$ ：定量用エバスタチンの秤取量(mg)

93 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

## 試験条件

94 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

95 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
96 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
97 リカゲルを充てんする。

98 カラム温度：40℃付近の一定温度

99 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水  
100 900mLに溶かし、薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.0  
101

## 2 エバスチン錠

- 102 に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液  
103 375mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
104 625mLを加えた液にラウリル硫酸ナトリウム0.72gを  
105 溶かす。  
106 流量：エバスチンの保持時間が約9分になるように調整  
107 する。  
108 システム適合性  
109 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
110 操作するとき、内標準物質、エバスチンの順に溶出し、  
111 その分離度は5以上である。  
112 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
113 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
114 に対するエバスチンのピーク面積の比の相対標準偏差  
115 は1.0%以下である。  
116 貯法 容器 気密容器。

## 1 エバスタチン口腔内崩壊錠

## 2 Ebastine Orally Disintegrating Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>: 469.66)を含む。

5 製法 本品は「エバスタチン」をとり、錠剤の製法により製する。

6 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エバスタチン」  
7 30mgに対応する量を取り、メタノール70mLを加え、10分  
8 間振り混ぜた後、メタノールを加えて100mLとし、遠心分  
9 離する。上澄液5mLにメタノールを加えて100mLとした液  
10 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト  
11 ルを測定するとき、波長251～255nmに吸収の極大を示す。

12 純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「エバ  
13 スチン」50mgに対応する量を取り、液体クロマトグラフィー  
14 用メタノール30mLを加え、10分間振り混ぜた後、移動相を  
15 加えて50mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶  
16 液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
17 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
18 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
19 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
20 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエバスタ  
21 チン以外のピーク的面積は、標準溶液のエバスタチンのピーク面  
22 積より大きくない。また、試料溶液のエバスタチン以外のピー  
23 クの合計面積は、標準溶液のエバスタチンのピーク面積の2倍  
24 より大きくない。

## 試験条件

26 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条  
27 件を準用する。

28 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

29 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエバスタチンの保持  
30 時間の約3倍の範囲

## システム適合性

32 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
33 えて正確に50mLとする。この液10μLから得たエバ  
34 スチンのピーク面積が、標準溶液のエバスタチンのピー  
35 ク面積の15～25%になることを確認する。

36 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
37 操作するとき、エバスタチンのピークの理論段数及びシ  
38 ンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以下で  
39 ある。

40 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
41 で試験を6回繰り返すとき、エバスタチンのピーク面積  
42 の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

45 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液V/10 mLを加え、  
46 時々振り混ぜながら、超音波処理により粒子を小さく分散さ  
47 せる。メタノール3V/5 mLを加え、10分間振り混ぜた後、  
48 1mL中にエバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)約0.1mgを含む液となるよ  
49 うにメタノールを加えて正確にV mLとする。この液を遠心  
50 分離し、上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確  
51 に加え、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

52 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$53 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$$

54 M<sub>S</sub>：定量用エバスタチンの秤取量(mg)

55 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

56 崩壊性 別に規定する。

57 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第1液900mLを用い、パド  
58 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間  
59 の溶出率は80%以上である。

60 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
61 20mL以上を取り、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
62 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
63 正確に量り、表示量に従い1mL中にエバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)  
64 約5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mL  
65 とし、試料溶液とする。別に定量用エバスタチンを酸化リン  
66 (V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し、その約28mgを  
67 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。こ  
68 の液1mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100mLとし、  
69 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液に対  
70 照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
71 波長258nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

72 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$73 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

74 M<sub>S</sub>：定量用エバスタチンの秤取量(mg)

75 C：錠中のエバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

76 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
77 とする。エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)約20mgに対応する量を精  
78 密に量り、0.1mol/L塩酸試液20mLを加え、超音波処理によ  
79 り粒子を小さく分散させる。メタノール120mLを加え、10  
80 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に200mLとし、  
81 遠心分離する。上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mL  
82 を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用エバスタチンを酸  
83 化リン(V)を乾燥剤として60℃で2時間減圧乾燥し、その約  
84 50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLと  
85 する。この液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液5mL及  
86 びメタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正  
87 確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準溶液とする。  
88 試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマ  
89 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
90 ク面積に対するエバスタチンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求  
91 める。

92 エバスタチン(C<sub>32</sub>H<sub>39</sub>NO<sub>2</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>×2/5

93 M<sub>S</sub>：定量用エバスタチンの秤取量(mg)

94 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→40000)

95 試験条件

96 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

97 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
98 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
99 リカゲルを充てんする。

100 カラム温度：40℃付近の一定温度

101 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水

## 2 エバスチン口腔内崩壊錠

102 900mLに溶かし、薄めたリン酸(1→5)を加えてpH3.0  
103 に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液  
104 375mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
105 625mLを加えた液にラウリル硫酸ナトリウム0.72gを  
106 溶かす。

107 流量：エバスチンの保持時間が約9分になるように調整  
108 する。

### 109 システム適合性

110 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
111 操作するとき、内標準物質、エバスチンの順に溶出し、  
112 その分離度は5以上である。

113 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
114 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
115 に対するエバスチンのピーク面積の比の相対標準偏差  
116 は1.0%以下である。

### 117 貯法

118 保存条件 遮光して保存する。

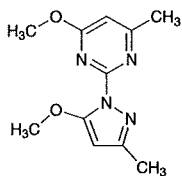
119 容器 気密容器。

# 1 エピリゾール

## 1 エピリゾール

2 Epirizole

3 メピリゾール



4

5 C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub> : 234.25

6 4-Methoxy-2-(5-methoxy-3-methyl-1*H*-pyrazol-1-yl)-6-

7 methylpyrimidine

8 [18694-40-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、エピリゾール  
10 (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味は苦い。

13 本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、エ  
14 タノール(95)に溶けやすく、水又はジエチルエーテルにやや  
15 溶けにくい。

16 本品は希塩酸又は硫酸に溶ける。

17 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0~7.0である。

18 確認試験

19 (1) 本品0.1gにバニリン0.1g、水5mL及び硫酸2mLを加  
20 えてしばらく振り混ぜるとき、黄色の沈殿を生じる。

21 (2) 本品0.1gを水10mLに溶かし、2,4,6-トリニトロフェ  
22 ノール試液10mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿  
23 をろ取し、水50mLで洗い、105°Cで1時間乾燥するとき、そ  
24 の融点(2.60)は163~169°Cである。

25 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき、紫  
26 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
27 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
28 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
29 認める。

30 融点(2.60) 88~91°C

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品0.20gを水20mLに溶かすとき、液は無色  
33 澄明である。

34 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gを硝酸カリウム0.7g及び無  
35 水炭酸ナトリウム1.2gをすり混ぜた混合物に加えてよくかき  
36 混ぜ、これを少量ずつ赤熱した白金るつぽに加え、反応が終  
37 わるまで赤熱する。冷後、残留物に希硫酸15mL及び水5mL  
38 を加え、5分間煮沸してろ過し、不溶物を水10mLで洗い、  
39 る液及び洗液を合わせ、これに希硝酸6mL及び水を加えて  
40 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は検液  
41 の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、0.01mol/L塩酸  
42 0.25mL及び水を加えて50mLとする(0.018%以下)。

43 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
44 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
45 下)。

46 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調

47 製し、試験を行う(2ppm以下)。

48 (5) 類縁物質 本品1.0gをメタノール10mLに溶かし、試  
49 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
50 えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、メタノ  
51 ールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの  
52 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
53 う。試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー  
54 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポ  
55 ットする。次にイソプロピルエーテル/エタノール(95)/水  
56 混液(23:10:2)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層  
57 板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、  
58 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液か  
59 ら得たスポットより濃くない。また、この薄層板をヨウ素蒸  
60 気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のス  
61 ポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

62 (6) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.10gをとり、試験を行う。  
63 液の色は色の比較液Aより濃くない。

64 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, シリカゲル, 4時間)。

65 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

66 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
67 (100)40mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
68 (指示薬: クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定  
69 の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色になるときとする。  
70 同様の方法で空試験を行い、補正する。

71 0.1mol/L過塩素酸1mL=23.43mg C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>

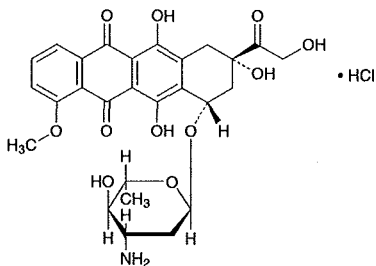
72 貯法 容器 密閉容器。

1 エピルビシン塩酸塩

1 エピルビシン塩酸塩

2 Epirubicin Hydrochloride

3 塩酸エピルビシン



4

5 C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>11</sub> · HCl : 579.98

6 (2S,4S)-4-(3-Amino-2,3,6-trideoxy-α-L-arabino-

7 hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-

8 7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydro-6,11-dione

9 monohydrochloride

10 [56390-09-1]

11 本品は、ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である。

12 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱残留溶媒物1mg  
13 当たり970~1020µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、  
14 エピルビシン塩酸塩(C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>11</sub> · HCl)としての量を質量  
15 (力価)で示す。

16 性状 本品は微帯黄赤色~帯褐赤色の粉末である。

17 本品は水又はメタノールにやや溶けやすく、エタノール  
18 (95)に溶けにくく、アセトニトリルにほとんど溶けない。

19 本品は吸湿性である。

20 確認試験

21 (1) 本品のメタノール溶液(3→20000)につき、紫外可視  
22 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
23 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
24 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
25 る。

26 (2) 本品及びエピルビシン塩酸塩標準品につき、赤外吸収  
27 スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験  
28 を行い、両者のスペクトルを比較するとき、両者のスペクト  
29 ルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

30 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>: +310~+340°(脱水及び脱残留溶媒  
31 物に換算したものの10mg, メタノール, 20mL, 100mm)。

32 pH(2.54) 本品10mgを水2mLに溶かした液のpHは4.0~  
33 5.5である。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品50mgを水5mLに溶かすとき、液は濃赤色  
36 澄明である。

37 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
39 下)。

40 (3) 類縁物質 定量法の試料溶液10µLにつき、次の条件  
41 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、各々  
42 のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率法に  
43 よりエピルビシン及び2-ナフタレンスルホン酸以外のピー  
44 クの合計量を求めるとき、5.0%以下である。

45

試験条件

46

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
の試験条件を準用する。

47

48

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からエピルビシンの保  
持時間の約3倍の範囲

49

50

システム適合性

51

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ  
ム適合性を準用する。

52

53

検出の確認: 試料溶液1mLに移動相を加えて100mLと  
し, システム適合性試験用溶液とする。システム適合  
性試験用溶液1mLを正確に量り, 移動相を加えて正  
確に10mLとする。この液10µLから得たエピルビシ  
ンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のエピル  
ビシンのピーク面積の7~13%になることを確認する。

54

55

56

57

58

59

(4) 残留溶媒(2.46) 本品約0.3gを精密に量り, 内標準  
溶液0.6mLを正確に加えた後, N,N-ジメチルホルムアミド  
を加えて溶かして6mLとし, 試料溶液とする。別にメタノ  
ール1mLを正確に量り, N,N-ジメチルホルムアミドを加  
えて正確に25mLとし, 標準原液とする。アセトン125µL,  
エタノール(99.5)30µL, 1-プロパノール32µL及び標準原液  
17µLをそれぞれ正確に量り, 内標準溶液10mLを正確に加  
えた後, N,N-ジメチルホルムアミドを加えて100mLとし,  
標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1µLにつき, 次の条  
件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い, そ  
れぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン,  
エタノール, 1-プロパノール及びメタノールのピーク面積の  
比Q<sub>Ta</sub>及びQ<sub>sa</sub>, Q<sub>Tb</sub>及びQ<sub>sb</sub>, Q<sub>Tc</sub>及びQ<sub>sc</sub>並びにQ<sub>Td</sub>及び  
Q<sub>sd</sub>を求める。次式によりアセトン, エタノール, 1-プロ  
パノール及びメタノールの量を求めるとき, それぞれ1.5%  
以下, 0.5%以下, 0.5%以下及び0.1%以下である。

60

61

62

63

64

65

66

67

68

69

70

71

72

73

74

75

$$\text{アセトンの量(\%)} = 1/M_T \times Q_{Ta}/Q_{sa} \times 593$$

76

$$\text{エタノールの量(\%)} = 1/M_T \times Q_{Tb}/Q_{sb} \times 142$$

77

$$\text{1-プロパノールの量(\%)} = 1/M_T \times Q_{Tc}/Q_{sc} \times 154$$

78

$$\text{メタノールの量(\%)} = 1/M_T \times Q_{Td}/Q_{sd} \times 2.23$$

79

M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(mg)

80

内標準溶液 1,4-ジオキサンのN,N-ジメチルホルムア  
ミド溶液(1→100)

81

82

試験条件

83

検出器: 水素炎イオン化検出器

84

カラム: 内径0.53mm, 長さ30mのフェーズドシリカ管  
の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリ  
コールを厚さ1µmで被覆する。

85

86

87

カラム温度: 注入後, 40℃を11分間, その後, 毎分  
10℃で90℃まで昇温し, 必要ならば, 次に毎分50℃  
で130℃まで昇温する。その後, 130℃を30分間保持  
する。

88

89

90

91

注入口温度: 120℃付近の一定温度

92

検出器温度: 150℃付近の一定温度

93

キャリアーガス: ヘリウム

94

流量: 内標準物質の保持時間が約8分になるように調整  
する。

95

96

スプリット比: 1:15

## 2 エピルピシン塩酸塩

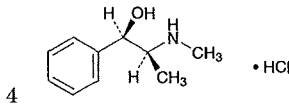
- 97 システム適合性
- 98 システムの性能：標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 99 作するとき、アセトン、メタノール、エタノール、1
- 100 ープロパノール、内標準物質の順に流出し、アセトン
- 101 と内標準物質の分離度は30以上である。
- 102 システムの再現性：標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 103 試験を6回繰り返すとき、アセトン、メタノール、エ
- 104 タノール及び1ープロパノールのピーク面積の相対標
- 105 準偏差はそれぞれ4.0%以下である。
- 106 水分 (2.48) 8.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定).
- 107 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(0.1g).
- 108 定量法 本品及びエピルピシン塩酸塩標準品約50mg(力価)に
- 109 対応する量を精密に量り、それぞれを内標準溶液に溶かして
- 110 正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液
- 111 及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ
- 112 イー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に
- 113 対するエピルピシンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。
- 114 エピルピシン塩酸塩( $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ )の量[ $\mu$ g(力価)]
- 115  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$
- 116  $M_S$  : エピルピシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]
- 117 内標準溶液 2-ナフタレンスルホン酸ナトリウムの水／
- 118 アセトニトリル／メタノール／リン酸混液(540 : 290 :
- 119 170 : 1)溶液(1→2000)
- 120 試験条件
- 121 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)
- 122 カラム：内径4mm, 長さ25cmのステンレス管に6 $\mu$ mの
- 123 液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカ
- 124 ゲルを充てんする。
- 125 カラム温度：35 $^{\circ}$ C付近の一定温度
- 126 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2gを量り、水／アセ
- 127 トニトリル／メタノール／リン酸混液(540 : 290 :
- 128 170 : 1)を加えて溶かし、1000mLとする。
- 129 流量：エピルピシンの保持時間が約9.5分になるように
- 130 調整する。
- 131 システム適合性
- 132 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 133 操作するとき、内標準物質、エピルピシンの順に溶出
- 134 し、その分離度は20以上である。
- 135 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 136 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 137 に対するエピルピシンのピーク面積の比の相対標準偏
- 138 差は1.0%以下である。
- 139 貯法
- 140 保存条件 0~5 $^{\circ}$ Cに保存する。
- 141 容器 気密容器。

1 エフェドリン塩酸塩

1 エフェドリン塩酸塩

2 Ephedrine Hydrochloride

3 塩酸エフェドリン



5  $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$  : 201.69

6 (1*R*,2*S*)-2-Methylamino-1-phenylpropan-1-ol

7 monohydrochloride

8 [50-98-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、エフェドリン塩酸塩  
10 ( $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けやすく、  
13 酢酸(100)に溶けにくく、アセトニトリル又は無水酢酸にほ  
14 とんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→2000)につき、紫外可視吸光度測定  
17 法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
18 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
19 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

24 (3) 本品の水溶液(1→15)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
25 する。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -33.0~-36.0°(乾燥後, 1g, 水,  
27 20mL, 100mm)。

28 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5~  
29 6.5である。

30 融点(2.60) 218~222°C

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
33 明である。

34 (2) 硫酸塩 本品0.05gを水40mLに溶かし、希塩酸1mL  
35 及び塩化バリウム試液1mLを加え、10分間放置するとき、  
36 液は変化しない。

37 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
39 下)。

40 (4) 類縁物質 本品0.05gを移動相50mLに溶かし、試料  
41 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
42 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
43 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
44 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
45 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエフェド  
46 リン以外のピークの合計面積は標準溶液のエフェドリンのピ  
47 ーク面積より大きくない。

48 試験条件

49 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

50 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
51 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
52 リカゲルを充てんする。

53 カラム温度：45°C付近の一定温度

54 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→128)/アセト  
55 ニトリル/リン酸混液(640 : 360 : 1)

56 流量：エフェドリンの保持時間が約14分になるように  
57 調整する。

58 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエフェドリンの保  
59 持時間の約3倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
62 えて正確に20mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たエフ  
63 エドリンのピーク面積が、標準溶液のエフェドリンの  
64 ピーク面積の4~6%になることを確認する。

65 システムの性能：定量用塩酸エフェドリン1mg及び硫酸  
66 アトロピン4mgを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶  
67 かす。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作すると  
68 き、エフェドリン、アトロピンの順に溶出し、それぞ  
69 れのピークの分離度は1.5以上である。

70 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、エフェドリンのピーク面  
72 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

75 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸/  
76 酢酸(100)混液(7 : 3)50mLを加え、加温して溶かす。冷後、  
77 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
78 方法で空試験を行い、補正する。

79 0.1mol/L過塩素酸1mL=20.17mg  $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$

80 貯法 容器 密閉容器。



1 エフェドリン塩酸塩散10%

1 エフェドリン塩酸塩散10%

2 10% Ephedrine Hydrochloride Powder

3 塩酸エフェドリン散

4 塩酸エフェドリン散10%

5 本品は定量するとき、エフェドリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO \cdot$

6  $HCl$ : 201.69)9.3~10.7%を含む。

7 製法

エフェドリン塩酸塩	100g
デンプン、乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

8 以上をとり、顆粒剤又は散剤の製法により製する。

9 確認試験 本品0.5gに水100mLを加え、20分間振り混ぜた後、  
10 ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
11 り吸収スペクトルを測定するとき、波長249~253nm、255  
12 ~259nm及び261~265nmに吸収の極大を示す。

13 定量法 本品約0.4gを精密に量り、水150mLを加え、時々振  
14 り混ぜながら10分間超音波抽出し、10分間振り混ぜた後、  
15 内標準溶液10mLを正確に加え、更に水を加えて200mLとす  
16 る。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定  
17 量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し、その約40mg  
18 を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、  
19 水を加えて200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
20 準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
21 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
22 るエフェドリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

23 エフェドリン塩酸塩( $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$ )の量(mg)

24 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

25  $M_S$ : 定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

26 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

27 試験条件

28 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エフ  
29 エドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用す  
30 る。

31 システム適合性

32 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
33 操作するとき、内標準物質、エフェドリンの順に溶出  
34 し、その分離度は15以上である。

35 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
36 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
37 に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏  
38 差は1.0%以下である。

39 貯法 容器 密閉容器。

1 エフェドリン塩酸塩錠

2 Ephedrine Hydrochloride Tablets

3 塩酸エフェドリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl：201.69)を含む。

6 製法 本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エフェドリン塩酸  
9 塩」0.05gに対応する量を取り、水100mLを加え、20分間振  
10 り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法  
11 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長249～  
12 253nm、255～259nm及び261～265nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、1mL中にエフェドリン塩酸塩  
16 (C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)約0.25mgを含む液となるように水V mL  
17 を加え、次に、内標準溶液V/4mLを正確に加え、超音波処  
18 理により粒子を小さく分散させた後、更に10分間超音波処  
19 理する。この液を10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄  
20 液を試料溶液とする。別に定量用塩酸エフェドリンを105℃  
21 で3時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、水に溶かし正  
22 確に100mLとする。この液20mLを正確に量り、内標準溶液  
23 5mLを正確に加えて、標準溶液とする。以下定量法を準用  
24 する。

25 エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)の量(mg)

$$26 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$$

27 M<sub>S</sub>：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

28 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→2000)

29 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
30 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
31 80%以上である。

32 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
33 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
34 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶  
35 液とする。別に定量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾  
36 燥し、その約28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
37 100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確  
38 に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
39 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
40 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のエフェドリン  
41 のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

42 エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)の表示量に対する溶  
43 出率(%)

$$44 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 90$$

45 M<sub>S</sub>：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

46 C：1錠中のエフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)の表示  
47 量(mg)

48 試験条件

49 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エフ

50 エドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用す  
51 る。

52 システム適合性

53 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
54 操作するとき、エフェドリンのピークの理論段数及び  
55 シンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、2.0以  
56 下である。

57 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
58 で試験を6回繰り返すとき、エフェドリンのピーク面  
59 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

60 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
61 とする。エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)約40mgに対  
62 応する量を精密に量り、水150mLを加え、時々振り混ぜな  
63 がら10分間超音波抽出し、10分間振り混ぜた後、内標準溶  
64 液10mLを正確に加え、更に水を加えて200mLとする。この  
65 液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用塩酸  
66 エフェドリンを105℃で3時間乾燥し、その約40mgを精密に  
67 量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、水を加  
68 えて200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
69 10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
70 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するエフェド  
71 リンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

72 エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)の量(mg)

$$73 = M_S \times Q_T / Q_S$$

74 M<sub>S</sub>：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

75 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

76 試験条件

77 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エフ  
78 エドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用す  
79 る。

80 システム適合性

81 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
82 操作するとき、内標準物質、エフェドリンの順に溶出  
83 し、その分離度は15以上である。

84 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
85 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
86 に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏  
87 差は1.0%以下である。

88 貯法 容器 密閉容器。

1 エフェドリン塩酸塩注射液

2 Ephedrine Hydrochloride Injection

3 塩酸エフェドリン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

6 エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl：201.69)を含む。

7 製法 本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり、注射剤の製法に

8 より製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 pH：4.5～6.5

11 確認試験 本品の表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05g

12 に対応する容量をとり、水を加えて100mLとする。この液

13 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト

14 ルを測定するとき、波長249～253nm、255～259nm及び

15 261～265nmに吸収の極大を示す。

16 エンドトキシン(4.01) 7.5EU/mg未満。

17 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

18 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

19 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

20 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

21 適合する。

22 定量法 本品のエフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)約40mg

23 に対応する容量を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加

24 え、更に水を加えて200mLとし、試料溶液とする。別に定

25 量用塩酸エフェドリンを105℃で3時間乾燥し、その約40mg

26 を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、

27 水を加えて200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標

28 準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー

29 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す

30 るエフェドリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

31 エフェドリン塩酸塩(C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO・HCl)の量(mg)

32 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

33  $M_S$ ：定量用塩酸エフェドリンの秤取量(mg)

34 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

35 試験条件

36 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エフ

37 エドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用す

38 る。

39 システム適合性

40 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で

41 操作するとき、内標準物質、エフェドリンの順に溶出

42 し、その分離度は15以上である。

43 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件

44 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

45 に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏

46 差は1.0%以下である。

47 貯法

48 保存条件 遮光して保存する。

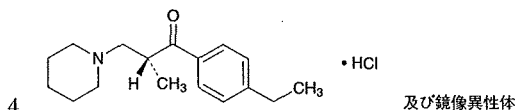
49 容器 密封容器。

# 1 エペリゾン塩酸塩

## 1 エペリゾン塩酸塩

2 Eperisone Hydrochloride

3 塩酸エペリゾン



5  $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$  : 295.85

6 (2*RS*)-1-(4-Ethylphenyl)-2-methyl-3-piperidin-

7 1-ylpropan-1-one monohydrochloride

8 [56839-43-1]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、エペリゾン  
10 塩酸塩( $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタ  
13 ノール(99.5)にやや溶けやすい。

14 融点：約167°C(分解)。

15 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

### 16 確認試験

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

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

26 (3) 本品の水溶液(1→50)は、塩化物の定性反応(1.09)を  
27 呈する。

### 28 純度試験

29 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
30 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
31 下)。

32 (2) 塩酸ピペリジン 本品1.0gを水20mLに溶かし、薄め  
33 た塩酸(1→2)2.0mL、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→20)2.0mL  
34 及びアンモニア水(28)1.5mLを加え、試料溶液とする。別に  
35 塩酸ピペリジン溶液(1→1000)2.0mLをとり、水18mLを加  
36 え、薄めた塩酸(1→2)2.0mL、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→  
37 20)2.0mL及びアンモニア水(28)1.5mLを加え、標準溶液と  
38 する。試料溶液及び標準溶液にイソプロピルエーテル/二硫  
39 化炭素混液(3:1)10mLずつを加え、30秒間振り混ぜ、2分  
40 間放置した後、それぞれの上層の液の色を比較するとき、試  
41 料溶液から得た液の色は標準溶液から得た液の色より濃くな  
42 い。

43 (3) 類縁物質 本品0.1gを移動相100mLに溶かし、試料  
44 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
45 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
46 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
47 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
48 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエペリゾ

49 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のエペリゾンのピー  
50 ク面積の1/5より大きくない。

### 51 試験条件

52 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

53 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
54 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
55 リカゲルを充てんする。

56 カラム温度：30°C付近の一定温度

57 移動相：メタノール/0.0375mol/L 1-デカンスルホン  
58 酸ナトリウム試液/過塩素酸混液(600:400:1)

59 流量：エペリゾンの保持時間が約17分になるように調  
60 整する。

61 面積測定範囲：エペリゾンの保持時間の約2倍の範囲

### 62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
64 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たエペ  
65 リゾンのピーク面積が、標準溶液のエペリゾンのピー  
66 ク面積の7~13%になることを確認する。

67 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
68 操作するとき、エペリゾンのピークの理論段数及びシン  
69 ンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下で  
70 ある。

71 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
72 で試験を6回繰り返すとき、エペリゾンのピーク面積  
73 の相対標準偏差は3.0%以下である。

74 水分(2.48) 0.20%以下(0.1g、電量滴定法)。

75 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

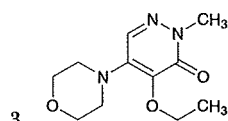
76 定量法 本品約0.6gを精密に量り、酢酸(100)20mLに溶かし、  
77 無水酢酸80mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
78 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

79 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.59mg  $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$

80 貯法 容器 密閉容器。

## 1 エモルファゾン

## 2 Emorfazone

4  $C_{11}H_{17}N_3O_3$  : 239.27

5 4-Ethoxy-2-methyl-5-(morpholin-4-yl)pyridazin-

6 3(2H)-one

7 [38957-41-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、エモルファゾン  
9 ( $C_{11}H_{17}N_3O_3$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は無色の結晶又は白色~淡黄色の結晶性の粉末であ  
11 る。

12 本品はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく、水又は無水  
13 酢酸に溶けやすい。

14 本品は1mol/L塩酸試液に溶ける。

15 本品は光によって徐々に黄色となり、分解する。

## 16 確認試験

17 (1) 本品20mgを1mol/L塩酸試液2mLに溶かし、ライネッ  
18 ケ塩試液5滴を加えるとき、淡赤色の浮遊物を生じる。

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

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

27 融点(2.60) 89~92°C(乾燥後)。

## 28 純度試験

29 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gをとり試験を行う。比較液  
30 には0.01mol/L塩酸0.50mLを加える(0.018%以下)。

31 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
33 下)。

34 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第3法により検液を調  
35 製し、試験を行う(1ppm以下)。

36 (4) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品  
37 0.5gを移動相50mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mL  
38 を正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶  
39 液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
40 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
41 う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測  
42 定するとき、試料溶液のエモルファゾン以外のピークの面積  
43 は、標準溶液のエモルファゾンのピーク面積の1/10より大  
44 きくない。また、試料溶液のエモルファゾン以外のピークの  
45 合計面積は、標準溶液のエモルファゾンのピーク面積の1/  
46 2より大きくない。

47 試験条件

48 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

49 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
50 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
51 リカゲルを充てんする。

52 カラム温度：25°C付近の一定温度

53 移動相：水/メタノール混液(11：10)

54 流量：エモルファゾンの保持時間が約5分になるように  
55 調整する。

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエモルファゾンの  
57 保持時間の約2.5倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
60 えて正確に20mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たエモ  
61 ルファゾンのピーク面積が、標準溶液のエモルファゾ  
62 ンのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

63 システムの性能：本品16mg及び2,4-ジニトロフェニル  
64 ヒドラジン30mgをメタノール100mLに溶かす。この  
65 液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、エモル  
66 ファゾン、2,4-ジニトロフェニルヒドラジンの順に  
67 溶出し、その分離度は2.5以上である。

68 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、エモルファゾンのピーク  
70 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

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

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

73 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、無水酢酸  
74 60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
75 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

76 0.1mol/L過塩素酸1mL=23.93mg  $C_{11}H_{17}N_3O_3$

## 77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 気密容器。

## 1 エモルファゾン錠

## 2 Emorfazone Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 エモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>: 239.27)を含む。

5 製法 本品は「エモルファゾン」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エモルファゾン」  
8 0.1gに対応する量を取り、水100mLを加えてよく振り混ぜ  
9 た後、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液1mLをとり、  
10 水を加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法  
11 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長237~  
12 241nm及び310~314nmに吸収の極大を示し、288~298nm  
13 に吸収の肩を示す。

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

16 本品1個をとり、1mL中にエモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)約  
17 4mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mL  
18 とし、よく振り混ぜて崩壊させる。この液を遠心分離し、上  
19 澄液2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、  
20 メタノールを加えて50mLとし、試料溶液とする。以下定量  
21 法を準用する。

22 エモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)  
23  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 5$

24  $M_S$ : 定量用エモルファゾンの秤取量(mg)

25 内標準溶液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンのメタノ  
26 ール溶液(3→2000)。用時製する。

27 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
28 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
29 80%以上である。

30 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
31 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
32 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
33 正確に量り、表示量に従い1mL中にエモルファゾン  
34 (C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)約11µgを含む液となるように水を加えて正確  
35 にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用エモルファゾ  
36 ンを60°Cで4時間減圧乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
37 水に溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確に量  
38 り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
39 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)に  
40 より試験を行い、波長239nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
41 定する。

42 エモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
43  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

44  $M_S$ : 定量用エモルファゾンの秤取量(mg)

45  $C$ : 1錠中のエモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

46 定量法 本品10個をとり、メタノール200mLを加え、よく振  
47 り混ぜて崩壊させた後、メタノールを加えて正確に250mL  
48 とし、遠心分離する。エモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)約8mgに  
49 対応する容量の上澄液を正確に量り、内標準溶液10mLを正

50 確に加えた後、メタノールを加えて50mLとし、試料溶液と  
51 する。別に定量用エモルファゾンを60°Cで4時間減圧乾燥し、  
52 その約20mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
53 25mLとする。この液10mLを正確に量り、内標準溶液  
54 10mLを正確に加えた後、メタノールを加えて50mLとし、  
55 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20µLにつき、次の  
56 条件で液体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、  
57 内標準物質のピーク面積に対するエモルファゾンのピーク面  
58 積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

59 エモルファゾン(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)  
60  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

61  $M_S$ : 定量用エモルファゾンの秤取量(mg)

62 内標準溶液 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンのメタノ  
63 ール溶液(3→2000)。用時製する。

64 試験条件

65 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 313nm)

66 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5µm  
67 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
68 リカゲルを充てんする。

69 カラム温度: 25°C付近の一定温度

70 移動相: 水/メタノール混液(11: 10)

71 流量: エモルファゾンの保持時間が約5分になるように  
72 調整する。

73 システム適合性

74 システムの性能: 標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
75 操作するとき、エモルファゾン、内標準物質の順に溶  
76 出し、その分離度は2.5以上である。

77 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
78 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
79 に対するエモルファゾンのピーク面積の比の相対標準  
80 偏差は1.0%以下である。

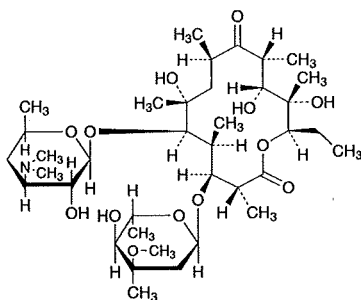
81 貯法

82 保存条件 遮光して保存する。

83 容器 気密容器。

## 1 エリスロマイシン

## 2 Erythromycin



3

4  $C_{37}H_{67}NO_{13}$  : 733.935 (2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-

6 5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-

7 hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-

8 methyl-α-L-ribo-hexopyranosyloxy)-6,11,12-

9 trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-

10 13-olide

11 [114-07-8]

12 本品は、*Saccharopolyspora erythraea*の培養によって得  
13 られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり930～  
15 1020μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、エリスロマ  
16 イシン( $C_{37}H_{67}NO_{13}$ )としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

18 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、  
19 メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に極めて溶  
20 けにくい。

## 21 確認試験

22 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトル又はエリスロマイシン標準品のスペクト  
25 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
26 同様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品及びエリスロマイシン標準品10mgずつをメタノ  
28 ール1mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これら  
29 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
30 行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフ  
31 ー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。  
32 次にメタノール/アンモニア水(28)混液(50:1)を展開溶媒  
33 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに4-  
34 メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、  
35 100℃で15分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット  
36 及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し、それらの  
37 *R*<sub>f</sub>値は等しい。

38 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : -71～-78(脱水物に換算したもの  
39 1g, エタノール(95), 50mL, 100mm)。

## 40 純度試験

41 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
42 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
43 下)。

44 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第5法により検液を調  
45 製し、試験を行う。ただし、薄めた塩酸(1→2)の代わりに塩  
46 酸を用いる(2ppm以下)。

47 (3) 類縁物質 本品40mgをメタノール2mLに溶かした後、  
48 pH7.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(15:1)を加えて  
49 正確に10mLとし、試料溶液とする。別にエリスロマイシン  
50 標準品16mgをメタノール2mLに溶かし、pH7.0のリン酸塩  
51 緩衝液/メタノール混液(15:1)を加えて正確に10mLとし、  
52 標準原液とする。エリスロマイシンB及びエリスロマイシン  
53 C 5mgずつをメタノール2mLに溶かした後、標準原液2mL  
54 を正確に加え、pH7.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液  
55 (15:1)を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。試料  
56 溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
57 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
58 液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試  
59 料溶液のエリスロマイシンB及びエリスロマイシンCのピー  
60 ク面積は、それぞれ標準溶液のエリスロマイシンB及びエリ  
61 スロマイシンCのピーク面積より大きくない。また、エリス  
62 ロマイシン、エリスロマイシンB及びエリスロマイシンC以  
63 外の各々のピーク面積は、標準溶液のエリスロマイシンのピ  
64 ーク面積より大きくない。

## 65 試験条件

66 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 215nm)

67 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に8μm  
68 の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベン  
69 ゼン共重合体を充てんする。

70 カラム温度: 70℃付近の一定温度

71 移動相: リン酸水素二カリウム3.5gを水に溶かして  
72 100mLとし、薄めたリン酸(1→10)でpH9.0に調整す  
73 る。この液50mLに、*t*-ブチルアルコール190mL及  
74 びアセトニトリル30mLを加え、更に水を加えて  
75 1000mLとする。

76 流量: エリスロマイシンの保持時間が約20分になるよ  
77 うに調整する。

78 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からエリスロマイシン  
79 の保持時間の約4倍の範囲

## 80 システム適合性

81 システムの性能: *N*-デメチルエリスロマイシン2mgを  
82 標準溶液10mLに溶かす。この液100μLにつき、上記  
83 の条件で操作するとき、*N*-デメチルエリスロマイシ  
84 ン、エリスロマイシンC、エリスロマイシン、エリス  
85 ロマイシンBの順に溶出し、*N*-デメチルエリスロマ  
86 イシンとエリスロマイシンCの分離度は0.8以上、*N*-  
87 デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシンの分離  
88 度は5.5以上である。

89 システムの再現性: 標準溶液100μLにつき、上記の条件  
90 で試験を3回繰り返すとき、エリスロマイシンのピー  
91 ク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

92 水分(2.48) 10.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

93 熱熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

94 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
95 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

96 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い  
97 る。

## 2 エリスロマイシン

- 98 (ii) 培地 培地(1)の3)の i を用いる。ただし、滅菌後の  
99 pHは7.8~8.0とする。
- 100 (iii) 標準溶液 エリスロマイシン標準品約25mg(力価)に対  
101 応する量を精密に量り、メタノール25mLに溶かし、pH8.0  
102 の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし、標  
103 準原液とする。標準原液は5°C以下に保存し、7日以内に使  
104 用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の  
105 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5  
106  $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準  
107 溶液とする。
- 108 (iv) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量  
109 り、メタノール25mLに溶かし、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩  
110 緩衝液を加えて正確に100mLとする。この液適量を正確に  
111 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
112 20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶  
113 液及び低濃度試料溶液とする。
- 114 貯法 容器 密閉容器。



## 1 エリスロマイシン腸溶錠

### 1 エリスロマイシン腸溶錠

#### 2 Erythromycin Enteric-Coated Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
4 対応するエリスロマイシン( $C_{37}H_{67}NO_{13}$ : 733.93)を含む。

5 製法 本品は「エリスロマイシン」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エリスロマイシ  
8 ン」10mg(力価)に対応する量を取り、メタノール1mLを加  
9 えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別  
10 にエリスロマイシン標準品10mgを取り、メタノール1mLに  
11 溶かし、標準溶液とする。以下「エリスロマイシン」の確認  
12 試験(2)を準用する。

13 乾燥減量 (2.41) 10.0%以下(0.2g, 減圧・0.67kPa以下,  
14 60°C, 3時間)。

15 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

16 崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。ただし、崩壊試  
17 験第2液による試験には補助盤を用いる。

18 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
19 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

20 (i) 試験菌、培地及び標準溶液は、「エリスロマイシン」  
21 の定量法を準用する。

22 (ii) 試料溶液 本品20個以上をとり、その質量を精密に量  
23 り、粉末とする。「エリスロマイシン」約25mg(力価)に対  
24 応する量を精密に量り、メタノール25mLを加えて激しく振  
25 り混ぜ、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に  
26 100mLとし、ろ過する。ろ液適量を正確に量り、pH8.0の  
27 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び  
28 5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試  
29 料溶液とする。

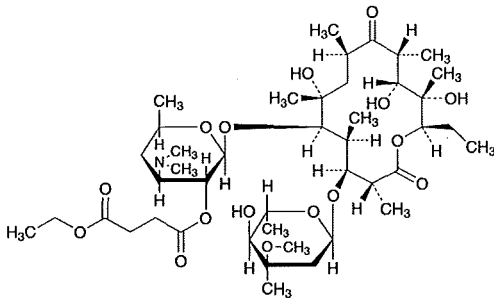
30 貯法 容器 密閉容器。

1 エリスロマイシンエチルコハク酸エステル  
2 ル

3 Erythromycin Ethylsuccinate

4 エチルコハク酸エリスロマイシン

5 コハク酸エリスロマイシンエチル



6

7  $C_{43}H_{75}NO_{16}$  : 862.05

8 (2R,3S,4S,5R,6R,8R,10R,11R,12S,13R)-

9 5-[3,4,6-Trideoxy-2-O-(3-ethoxycarbonylpropanoyl)-

10 3-dimethylamino-β-D-xylo-hexopyranosyloxy]-3-(2,6-

11 dideoxy-3-C-methyl-3-O-methyl-α-L-ribo-

12 hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-

13 hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

14 [41342-53-4]

15 本品は、エリスロマイシンの誘導体である。

16 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり780～  
17 900μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、エリスロマ  
18 シン( $C_{37}H_{67}NO_{13}$  : 733.93)としての量を質量(力価)で示す。

19 性状 本品は白色の粉末である。

20 本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく、エタノール  
21 (95)にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

22 確認試験

23 (1) 本品3mgをアセトン2mLに溶かし、塩酸2mLを加え  
24 るとき、液はだいたい色を呈し、直ちに赤色～深紫色に変わ  
25 る。

26 (2) 本品をデシケーター(減圧, シリカゲル)で24時間乾燥  
27 し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤  
28 法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペク  
29 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところ  
30 に同様の強度の吸収を認める。

31 水分(2.48) 5.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

32 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
33 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

34 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い  
35 る。

36 (ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる。ただし、滅菌後の  
37 pHは7.8～8.0とする。

38 (iii) 標準溶液 エリスロマイシン標準品約50mg(力価)に対  
39 応する量を精密に量り、メタノール50mLに溶かし、pH8.0  
40 の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし、標  
41 準原液とする。標準原液は5℃以下に保存し、7日以内に使  
42 用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の

43 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び  
44 5μg(力価)を含むように薄め、高濃度標準溶液及び低濃度標  
45 準溶液とする。

46 (iv) 試料溶液 本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量  
47 り、メタノール50mLに溶かし、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩  
48 緩衝液を加えて正確に100mLとする。この液適量を正確に  
49 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
50 20μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め、高濃度試料溶  
51 液及び低濃度試料溶液とする。

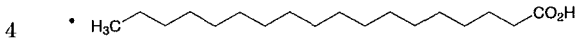
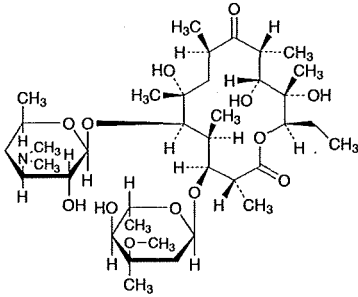
52 貯法 容器 気密容器。

1 エリスロマイシンステアリン酸塩

1 エリスロマイシンステアリン酸塩

2 Erythromycin Stearate

3 ステアリン酸エリスロマイシン



5  $\text{C}_{37}\text{H}_{67}\text{NO}_{13} \cdot \text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2 : 1018.40$

6 (2R,3S,4S,5R,6R,8R,10R,11R,12S,13R)-5-

7 (3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-

8 hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-

9 methyl-α-L-ribo-hexopyranosyloxy)-6,11,12-

10 trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-

11 olide monostearate

12 [643-22-1]

13 本品は、エリスロマイシンのステアリン酸塩である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり600～  
15 720μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、エリスロマイ  
16 シン( $\text{C}_{37}\text{H}_{67}\text{NO}_{13} : 733.93$ )としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色の粉末である。

18 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、メタノ  
19 ールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

20 確認試験

21 (1) 本品3mgをアセトン2mLに溶かし、塩酸2mLを加え  
22 るとき、液はだいたい色を呈し、直ちに赤色～深紫色に変わ  
23 る。

24 (2) 本品をデシケーター(減圧、シリカゲル)で24時間乾燥  
25 し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤  
26 法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペク  
27 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところ  
28 に同様の強度の吸収を認める。

29 水分(2.48) 5.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

30 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
31 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

32 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い  
33 る。

34 (ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる。ただし、滅菌後の  
35 pHは7.8～8.0とする。

36 (iii) 標準溶液 エリスロマイシン標準品約50mg(力価)に対  
37 応する量を精密に量り、メタノール50mLに溶かし、pH8.0  
38 の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし、標  
39 準原液とする。標準原液は5℃以下に保存し、7日以内に使  
40 用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の  
41 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び

42 5μg(力価)を含むように薄め、高濃度標準溶液及び低濃度標  
43 準溶液とする。

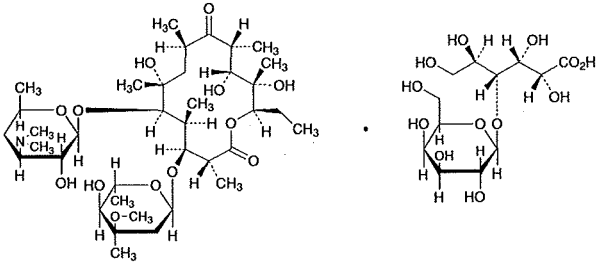
44 (iv) 試料溶液 本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量  
45 り、メタノール50mLに溶かし、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩  
46 緩衝液を加えて正確に100mLとする。この液適量を正確に  
47 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
48 20μg(力価)及び5μg(力価)を含むように薄め、高濃度試料溶  
49 液及び低濃度試料溶液とする。

50 貯法 容器 気密容器。

1 エリスロマイシンラクトビオン酸塩

2 Erythromycin Lactobionate

3 ラクトビオン酸エリスロマイシン



4

5  $C_{37}H_{67}NO_{13} \cdot C_{12}H_{22}O_{12} : 1092.22$

6 (2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-

7 Trideoxy-3-dimethylamino-β-*D*-xylo-hexopyranosyloxy)-3-

8 (2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-*L*-ribo-

9 hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-

10 hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide mono(4-*O*-β-

11 *D*-galactopyranosyl-*D*-gluconate)

12 [3847-29-8]

13 本品は、エリスロマイシンのラクトビオン酸塩である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり590～

15 700μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、エリスロマイ

16 シン( $C_{37}H_{67}NO_{13} : 733.93$ )としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色の粉末である。

18 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく、

19 アセトンに極めて溶けにくい。

20 確認試験

21 (1) 本品 3mgにアセトン2mLを加え、更に塩酸2mLを

22 加えるとき、液はだいたい色を呈し、直ちに赤色～暗紫色に

23 変わる。

24 (2) 本品約0.3gにアンモニア試液15mLを加えた後、クロ

25 ロホルム15mLを加えて振り混ぜ、水層を分取する。この液

26 をクロロホルム15mLで3回洗った後、水浴上で蒸発乾固す

27 る。残留物をメタノール/水混液(3:2)10mLに溶かし、試

28 料溶液とする。別にラクトビオン酸0.10gをメタノール/水

29 混液(3:2)10mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に

30 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。

31 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー

32 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に

33 水/1-ブタノール/酢酸(100)混液(3:3:1)の上層を展開

34 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに

35 希硫酸を均等に噴霧した後、105℃で20分間加熱するとき、

36 試料溶液から得た主スポットは暗褐色を呈し、標準溶液から

37 得た主スポットの色調及び*R<sub>f</sub>*値と等しい。

38 pH (2.54) 本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～

39 7.5である。

40 水分 (2.48) 5.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

41 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法

42 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

43 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い

44 る。

45 (ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる。ただし、滅菌後の

46 pHは7.8～8.0とする。

47 (iii) 標準溶液 エリスロマイシン標準品約50mg(力価)に対

48 応する量を精密に量り、メタノール50mLに溶かし、pH8.0

49 の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし、標

50 準原液とする。標準原液は5℃以下に保存し、7日以内に使

51 用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の

52 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び

53 5μg(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標

54 準溶液とする。

55 (iv) 試料溶液 本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量

56 り、メタノール50mLに溶かし、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩

57 緩衝液を加えて正確に100mLとする。この液適量を正確に

58 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に

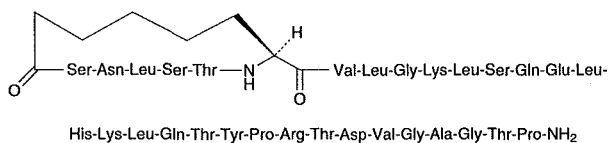
59 20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶

60 液及び低濃度試料溶液とする。

61 貯法 容器 気密容器。

1 エルカトニン

2 Elcatonin



4 C<sub>148</sub>H<sub>244</sub>N<sub>42</sub>O<sub>47</sub> : 3363.77

5 [60731-46-6]

6 本品は定量するとき、水分、酢酸を除いたペプチド1mg当  
7 たり5000~7000エルカトニン単位を含む。

8 性状 本品は白色の粉末である。

9 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす  
10 く、アセトニトリルにほとんど溶けない。

11 本品は吸湿性である。

12 本品の水溶液(1→500)のpHは4.5~7.0である。

13 確認試験 本品5mgを水5mLに溶かした液につき、紫外可視  
14 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
15 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
16 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
17 る。

18 構成アミノ酸 本品約1mgを加水分解用試験管にとり、フェノ  
19 ール塩酸試液を加えて溶かし、窒素置換後、減圧下密封し、  
20 110±2℃で24時間加熱する。冷後、開封し、加水分解液を  
21 減圧で蒸発乾固し、残留物に0.02mol/L塩酸試液約1mLを加  
22 えて溶かし、試料溶液とする。別にL-アスパラギン酸  
23 1.33mg, L-トレオニン1.19mg, L-セリン1.05mg, L-グ  
24 ルタミン酸1.47mg, L-プロリン1.15mg, グリシン0.75mg,  
25 L-アラニン0.89mg, L-バリン1.17mg, L-2-アミノスベ  
26 リン酸1.89mg, L-ロイシン1.31mg, L-チロジン1.81mg,  
27 塩酸L-リジン1.83mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物  
28 2.10mg及び塩酸L-アルギニン2.11mgを正確に量り、  
29 0.02mol/L塩酸試液に溶かし、正確に50mLとし、標準溶液  
30 とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次  
31 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う  
32 とき、試料溶液から得たクロマトグラムには構成する14種  
33 のアミノ酸のピークを認める。また、それぞれの構成するア  
34 ミノ酸のアラニンに対するモル比を求めるとき、アスパラギ  
35 ン酸は1.7~2.2, トレオニンは3.5~4.2, セリンは2.4~3.0,  
36 グルタミン酸は2.7~3.2, プロリンは1.7~2.2, グリシンは  
37 2.7~3.2, バリンは1.6~2.2, 2-アミノスベリン酸は0.8~  
38 1.2, ロイシンは4.5~5.2, チロジンは0.7~1.2, リジンは  
39 1.7~2.2, ヒスチジンは0.8~1.2及びアルギニンは0.7~1.2  
40 である。

41 操作条件

42 検出器 : 可視吸光光度計(測定波長 : 440nm及び  
43 570nm)

44 カラム : 内径約4mm, 長さ約8cmのステンレス管に  
45 3μmのステレンジビニルベンゼン共重合体にスルホ  
46 ン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イ  
47 オン交換樹脂を充てんする。

48 カラム温度 : 50~65℃の範囲で変化させる。

49 化学反応槽温度 : 130℃付近の一定温度

50 発色時間 : 約1分

51 移動相 : それぞれのナトリウムイオン濃度が0.10mol/L,  
52 0.135mol/L, 1.26mol/L及び0.20mol/Lの緩衝液A,  
53 緩衝液B, 緩衝液C及び緩衝液D。ただし、緩衝液A,  
54 緩衝液B, 緩衝液C及び緩衝液Dを用いてナトリウム  
55 イオン濃度として0.10mol/Lから1.26mol/Lまで段階  
56 的に変化させる。

	緩衝液の組成			
	A	B	C	D
クエン酸一水和物	8.85g	7.72g	6.10g	—
クエン酸三ナトリウム 二水和物	3.87g	10.05g	26.67g	—
水酸化ナトリウム	—	—	2.50g	8.00g
塩化ナトリウム	3.54g	1.87g	54.35g	—
エタノール(95)	60.0mL	—	—	60.0mL
チオジグリコール	5.0mL	5.0mL	—	—
精製水	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

57 反応試薬 : 酢酸リチウム二水和物 407g, 酢酸  
58 (100)245mL及び1-メトキシ-2-プロパノール  
59 801mLを混和した後、水を加えて2000mLとし約20  
60 分間窒素を通じながらかき混ぜ、A液とする。別に、  
61 1-メトキシ-2-プロパノール1957mLに、ニンヒド  
62 リン77g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134gを加え、  
63 約20分間窒素を通じながらかき混ぜ、B液とする。A  
64 液及びB液を使用前混和する。

65 移動相流量 : アルギニンの保持時間が約75分になるよ  
66 うに調整する。

67 反応試薬流量 : 毎分約0.2mL

68 カラムの選定 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で操  
69 作するとき、アスパラギン酸, トレオニン, セリン,  
70 グルタミン酸, プロリン, グリシン, アラニン, バリ  
71 ン, 2-アミノスベリン酸, ロイシン, チロジン, リ  
72 ジン, ヒスチジン, アルギニンの順に溶出し、それぞ  
73 れのピークが完全に分離するものを用いる。

74 純度試験

75 (1) 酢酸 本品3~6mgを25±2℃, 相対湿度50±5%の条  
76 件下で速やかに精密に量り、内標準溶液1mLを正確に加  
77 えて混和し、試料溶液とする。別に酢酸(100)約0.5gを精密に  
78 量り、内標準溶液を加えて溶かし正確に100mLとする。こ  
79 の液5mLを正確に量り、内標準溶液を加えて正確に100mL  
80 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLにつき、  
81 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
82 い、内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比  
83 Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求めるとき、酢酸の量は7.0%以下である。

84 酢酸(CH<sub>3</sub>COOH)の量(%) =  $M_{ST}/M_{SA} \times Q_T/Q_S \times 50$

85 M<sub>ST</sub> : 酢酸(100)の秤取量(g)

86 M<sub>SA</sub> : 本品の秤取量(mg)

87 内標準溶液 : クエン酸一水和物溶液(1→4000)

88 操作条件

89 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

2 エルカトニン

90	カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に	144	系雄ラットを用い，試験前3日間以上飼育室で一定の飼料及
91	5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ	145	び水を与えて飼育する。
92	ル化シリカゲルを充てんする。	146	(ii) エルカトニン用溶解液 酢酸ナトリウム三水和物
93	カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度	147	2.72gに水を加えて溶かし200mLとし，ウシ血清アルブミン
94	移動相：リン酸水素二アンモニウム13.2gを水900mLに	148	0.2gを加え酢酸(100)でpHが6.0になるように調整する。用
95	溶かし，リン酸を加えてpHを2.5に調整した後，水を	149	時製する。
96	加えて1000mLとする。	150	(iii) 標準溶液 エルカトニン標準品にエルカトニン用溶解
97	流量：酢酸の保持時間が約4分になるように調整する。	151	液を加えて溶かし，その1mL中に正確に0.075単位及び
98	カラムの選定：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操	152	0.0375単位を含む溶液とし，それぞれ高用量標準溶液 $S_H$ 及
99	作するとき，酢酸，クエン酸の順に溶出し，その分離	153	び低用量標準溶液 $S_L$ とする。
100	度が2.0以上のものを用いる。	154	(iv) 試料溶液 本品の0.5～2.0mgを25 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C，相対湿度50
101	(2) 類縁物質 本品1.0mgをトリフルオロ酢酸試液/アセ	155	$\pm$ 5%の条件下で速やかに精密に量り，エルカトニン用溶解
102	トニトリル混液(2：1)1mLに溶かし，試料溶液とする。この	156	液を加えて溶かし，その1mL中に高用量標準溶液 $S_H$ 及び低
103	液0.3mLを正確に量り，トリフルオロ酢酸試液/アセトニ	157	用量標準溶液 $S_L$ に相当する単位を含む溶液を調製し，それ
104	トリル混液(2：1)を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする。	158	ぞれ高用量試料溶液 $T_H$ 及び低用量試料溶液 $T_L$ とする。
105	試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり，次の条件で	159	(v) エルカトニン用除たん白液 トリクロロ酢酸160g及び
106	液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い，それぞ	160	塩化ストロンチウム30.6gに水を加えて3600mLとする。
107	れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，	161	(vi) 操作法 試験動物を4群に分け，各群は10匹以上で同
108	試料溶液のエルカトニン以外の個々のピーク面積は，標準溶	162	数とする。各試験動物は注射前18～24時間飼料を与えない
109	液のエルカトニンのピーク面積の1/3より大きくない。また，	163	で，試験中は最後の採血が終わるまで水をも与えない。また，
110	また，試料溶液のエルカトニン以外のピークの合計面積は，標	164	試験中は試験動物に強い刺激を与えないように注意して取り
111	準溶液のエルカトニンのピーク面積より大きくない。	165	扱う。
112	操作条件	166	投与は次に示すように標準溶液及び試料溶液を各試験動物
113	検出器：紫外吸光度計(測定波長：225nm)	167	の尾静脈に1匹当たり正確に0.2mLずつ注射する。
114	カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に	168	第1群 $S_H$
115	5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ	169	第2群 $S_L$
116	ル化シリカゲルを充てんする。	170	第3群 $T_H$
117	カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度	171	第4群 $T_L$
118	移動相：トリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液	172	注射1時間後，エーテル麻酔下で各試験動物の頸動脈及び
119	(混合比を85：15から30分後に55：45になるようにす	173	頸静脈から試験を行うのに十分な量の血液をとり，この血液
120	る)	174	を遠心分離して血清を分取し，(vii)によってその血清カルシ
121	流量：エルカトニンの保持時間が約25分になるように	175	ウムを定量する。
122	調整する。	176	(vii) 血清カルシウム定量法 血清0.3mLを正確にとり，エ
123	カラムの選定：本品2mgをエルカトニン試験用トリプシ	177	ルカトニン用除たん白液を加えて正確に3mLとし，よく振
124	ン試液200 $\mu$ Lに溶かす。この液を37 $^{\circ}$ Cで1時間加温し，	178	り混ぜた後遠心分離し，その上澄液をカルシウム定量用試料
125	その後，酢酸(100)1滴を加え，95 $^{\circ}$ Cで1分間加熱する。	179	溶液とする。別に原子吸光度用カルシウム標準液1mLを
126	この液10 $\mu$ Lに試料溶液50 $\mu$ Lを加え，混ぜ合わせる。	180	正確にとり，塩化ナトリウム溶液(17 $\rightarrow$ 2000)を加えて正確
127	この液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，エル	181	に10mLとする。この液5mLを正確に量り，エルカトニン用
128	カトニンのピークの直前に溶出するピークとエルカ	182	除たん白液を加えて正確に50mLとし，カルシウム定量用標
129	トニンのピークの分離度が2.0以上であり，かつ，エル	183	準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原
130	カトニンの保持時間が約25分のものを用いる。	184	子吸光度法 (2.23) により吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。ま
131	検出感度：標準溶液10 $\mu$ Lから得たエルカトニンのピー	185	た，水1mLをとり，以下標準溶液と同様に操作して得た液
132	ク高さが50～200mmになるように調整する。	186	につき吸光度 $A_0$ を測定する。
133	面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロマトグラム上	187	血清100mL中のカルシウム(Ca)の量(mg)
134	に現れる濃度勾配が規則的に変化し続ける範囲	188	$=0.01 \times (A_T - A_0) / (A_S - A_0) \times 10 \times 100$
135	水分 (2.48) 本品1～3mgを速やかに精密に量り，電量滴定法	189	使用ガス：
136	により試験を行うとき，水分は8.0%以下である。ただし，	190	可燃性ガス アセチレン
137	秤量は25 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C，相対湿度50 $\pm$ 5%の条件下で行う。	191	支燃性ガス 空気
138	窒素含量 本品の0.015～0.02gを25 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C，相対湿度50 $\pm$ 5%	192	ランプ：カルシウム中空陰極ランプ
139	の条件下で速やかに量り，窒素定量法 (1.08) により試験を	193	波長：422.7nm
140	行うとき，窒素(N：14.01)の量は，水分及び酢酸を除いたペ	194	(viii) 計算法：(vii)血清カルシウム定量法において， $S_H$ ， $S_L$ ，
141	プチドに対し，16.1～18.7%である。	195	$T_H$ 及び $T_L$ によって得た血清100mL中のカルシウム
142	定量法	196	の量をそれぞれ $y_1$ ， $y_2$ ， $y_3$ 及び $y_4$ とする。更に各群
143	(i) 試験動物 体重90～110gの健康なスプラグ・ドゥリー		

3 エルカトニン

197 の $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ を合計してそれぞれ $Y_1, Y_2, Y_3$   
 198 及び $Y_4$ とする。

199 水分、酢酸を除いたペプチド1mg当たりの単位数  
 200 =antilog  $M \times S_H$ 1mL中の単位数  $\times b/a$

201  $M=0.3010 \times Y_a/Y_b$

202  $Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$

203  $Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$

204  $a$  : 本品の秤取量(mg)  $\times [100 - \{水分含量(\%) + 酢酸含量$   
 205  $(\%)\} / 100]$

206  $b$  : 試料にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし、高用量  
 207 試料溶液を製した時の全容量(mL)

208 ただし、次の式によって計算される $F'$ は $s^2$ を計算したと  
 209 きの $n$ に対する表中の $F$ より小さい。また、次の式によって  
 210  $L(P=0.95)$ を計算するとき、 $L$ は0.20以下である。もし、 $F'$   
 211 が $F$ を、また $L$ が0.20を越えるときは、この値以下になるま  
 212 で試験動物の数を増加し、あるいは実験条件を整備して試験  
 213 を繰り返す。

214  $F' = (-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2 / 4fs^2$

215  $f$  : 各群の試験動物の数

216  $s^2 = \Sigma \{ \Sigma y^2 - (Y-f) \} / n$

217  $\Sigma y^2$  : 各群の $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ をそれぞれ2乗し合計し  
 218 た値

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

220  $n = 4(f-1)$

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

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

223  $t^2$  :  $s^2$ を計算したときの $n$ に対する次の表の値

$n$	$t^2=F$	$n$	$t^2=F$	$n$	$t^2=F$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	$\infty$	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

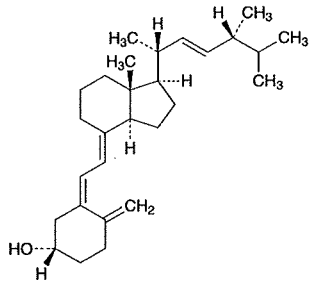
224 貯法

225 保存条件 8°C以下で保存する。

226 容器 気密容器。

1 エルゴカルシフェロール

- 2 Ergocalciferol
- 3 カルシフェロール
- 4 ビタミンD<sub>2</sub>



- 5
- 6 C<sub>28</sub>H<sub>44</sub>O : 396.65
- 7 (3*S*,5*Z*,7*E*,22*E*)-9,10-Secoergosta-5,7,10(19),22-
- 8 tetraen-3-ol
- 9 [50-14-6]

10 本品は定量するとき、エルゴカルシフェロール  
11 (C<sub>28</sub>H<sub>44</sub>O)97.0~103.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶で、においはないか、又はわずかに特  
13 異なおいがある。

14 本品はエタノール(95)、ジエチルエーテル又はクロロホルム  
15 に溶けやすく、イソオクタンにやや溶けにくく、水にほと  
16 んど溶けない。

17 本品は空気又は光によって変化する。

18 融点：115~118℃ 本品を毛細管に入れ、デシケーター  
19 (減圧・2.67kPa以下)で3時間乾燥した後、毛細管を直ちに融  
20 封し、予想した融点の約10℃下の温度に加熱した浴中に入れ、  
21 1分間に3℃上昇するように加熱し、測定する。

22 確認試験

23 (1) 本品0.5mgをクロロホルム5mLに溶かし、無水酢酸  
24 0.3mL及び硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき、液は赤色を  
25 呈し、直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる。

26 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
27 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
28 品の参照スペクトル又はエルゴカルシフェロール標準品のス  
29 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
30 ころに同様の強度の吸収を認める。

31 吸光度(2.24) E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup>(265nm) : 455~485(10mg, エタノール  
32 (95), 1000mL)。

33 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +102~+107°(0.3g, エタノール  
34 (95), 20mL, 100mm)。この試験は開封後30分以内に溶か  
35 し、溶液調製後30分以内に測定する。

36 純度試験 エルゴステロール 本品10mgをとり、薄めたエタ  
37 ノール(9→10)2.0mLに溶かし、ジギトニン20mgを薄めたエ  
38 タノール(9→10)2.0mLに溶かした液を加え、18時間放置す  
39 るとき、沈殿を生じない。

40 定量法 本品及びエルゴカルシフェロール標準品約30mgずつ  
41 を精密に量り、それぞれをイソオクタンに溶かし、正確に  
42 50mLとする。この液10mLずつを正確に量り、それぞれに  
43 内標準溶液3mLずつを正確に加えた後、移動相を加えて

44 50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標  
45 準溶液10~20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
46 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
47 するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を  
48 求める。ただし、操作はできるだけ空気又は他の酸化剤との  
49 接触を避け、遮光容器を用いて速やかに行う。

50 エルゴカルシフェロール(C<sub>28</sub>H<sub>44</sub>O)の量(mg)

51 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

52 M<sub>S</sub> : エルゴカルシフェロール標準品の秤取量(mg)

53 内標準溶液 フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液(1→  
54 100)

55 試験条件

56 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

57 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に  
58 10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充て  
59 んする。

60 カラム温度 : 20℃付近の一定温度

61 移動相 : ヘキサン/n-アミルアルコール混液(997 : 3)

62 流量 : エルゴカルシフェロールの保持時間が約25分に  
63 なるように調整する。

64 システム適合性

65 システムの性能 : エルゴカルシフェロール標準品15mg  
66 をイソオクタン25mLに溶かし、この液をフラスコに  
67 移し、還流冷却器を付け、油浴中で2時間加熱し、速  
68 やかに室温まで冷却する。この液を石英試験管に移し、  
69 短波長ランプ(主波長254nm)及び長波長ランプ(主波  
70 長365nm)を用いて3時間照射する。この液10mLに移  
71 動相を加えて50mLとする。この液10μLにつき、上  
72 記の条件で操作するとき、エルゴカルシフェロールの  
73 保持時間に対するプレビタミンD<sub>2</sub>、トランス-ビタ  
74 ミンD<sub>2</sub>及びタチステロール<sub>2</sub>の保持時間の比は約0.5,  
75 約0.6及び約1.1であり、また、プレビタミンD<sub>2</sub>とト  
76 ランス-ビタミンD<sub>2</sub>及びエルゴカルシフェロールとタ  
77 チステロール<sub>2</sub>の分離度はそれぞれ0.7以上及び1.0以  
78 上である。

79 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
80 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
81 に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比の  
82 相対標準偏差は1.0%以下である。

83 貯法

84 保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換して冷所に保存  
85 する。

86 容器 密封容器。

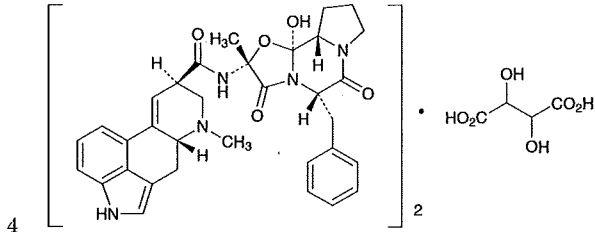


1 エルゴタミン酒石酸塩

1 エルゴタミン酒石酸塩

2 Ergotamine Tartrate

3 酒石酸エルゴタミン



5  $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$  : 1313.41

6 (5'S)-5'-Benzyl-12'-hydroxy-2'-methylergotaman-3',6',18-

7 trionchemitartrate

8 [379-79-3]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、エルゴタミ  
10 ン酒石酸塩 $[(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 98.0%以上を含む。

11 性状 本品は無色の結晶又は白色～微黄白色若しくは灰白色の  
12 結晶性の粉末である。

13 本品は水又はエタノール(95)に溶けにくい。

14 融点：約180°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品1mgを酢酸(100)/酢酸エチル混液(1:1)10mLに  
17 溶かし、この液0.5mLをとり、冷水中で振り混ぜながら硫酸  
18 0.5mLを加えて放置するとき、液は紫色を呈する。更にこの  
19 液に薄めた塩化鉄(III)試液(1→12)0.1mLを加えるとき、液の  
20 色は青色～青紫色に変わる。

21 (2) 本品1mgを酒石酸溶液(1→100)5mLに溶かし、この液  
22 1mLに4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(III)試  
23 液2mLを加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する。

24 旋光度 (2.49) エルゴタミン塩基  $[\alpha]_D^{20}$  : -155~-165°

25 本品0.35gをL-酒石酸溶液(1→100)25mLに溶かし、炭酸水  
26 素ナトリウム0.5gを加えて穏やかに十分に振り混ぜ、エタノ  
27 ール不含クロロホルム10mLずつで4回抽出する。各クロロ  
28 ホルム抽出液は順次、エタノール不含クロロホルムで潤した  
29 小ろ紙を用いて50mLのメスフラスコにろ過し、20°Cの水浴  
30 中に10分間放置した後、20°Cのエタノール不含クロロホル  
31 ムを加えて50mLとする。この液につき、層長100mmで旋  
32 光度を測定する。別にこの液25mLを正確に量り、減圧、  
33 45°C以下で蒸発乾固する。残留物を酢酸(100)25mLに溶か  
34 し、0.05mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(指示薬：クリ  
35 スタルバイオレット試液1滴)。同様の方法で空試験を行い、補  
36 正する。0.05mol/L過塩素酸の消費量と旋光度からエルゴタ  
37 ミン塩基の比旋光度を計算する。

38 0.05mol/L過塩素酸1mL=29.08mg  $C_{33}H_{35}N_5O_5$

39 純度試験 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用  
40 いて行う。本品40mgをL-酒石酸の薄めたメタノール(1→2)  
41 溶液(1→1000)10mLに、よく振り混ぜて溶かし、試料溶液  
42 とする。この液1mLを正確に量り、L-酒石酸の薄めたメ  
43 ノール(1→2)溶液(1→1000)を加えて正確に50mLとし、標準  
44 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

45 (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつ  
46 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
47 層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液  
48 (9:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
49 する。これに4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均  
50 等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポ  
51 ットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

52 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(0.1g, 減圧, 60°C, 4時間)。

53 定量法 本品約0.2gを精密に量り、酢酸(100)/無水酢酸混液  
54 (50:3)15mLに溶かし、0.05mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) す  
55 る(指示薬：クリスタルバイオレット試液1滴)。同様の方法  
56 で空試験を行い、補正する。

57 0.05mol/L過塩素酸1mL=32.84mg  $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$

58 貯法

59 保存条件 遮光して、ほとんど全満するか、又は空気を「窒  
60 素」で置換して5°C以下で保存する。

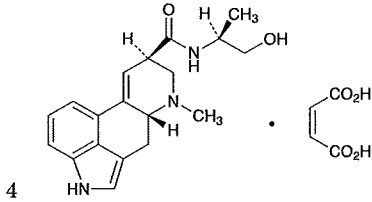
61 容器 気密容器。

1 エルゴメトリンマレイン酸塩

1 エルゴメトリンマレイン酸塩

2 Ergometrine Maleate

3 マレイン酸エルゴメトリン



5  $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4 : 441.48$

6 (8S)-N-[(1S)-2-Hydroxy-1-methylethyl]-6-methyl-

7 9,10-didehydroergoline-8-carboxamide monomaleate

8 [I29-51-I]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、エルゴメトリンマレ  
10 イン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。  
12 本品は水にやや溶けにくく、メタノール又はエタノール  
13 (95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。  
14 融点：約185°C(分解)。

15 本品は光によって徐々に黄色となる。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→50)は青色の蛍光を発する。  
18 (2) 本品1mgを水5mLに溶かし、この液1mLに4-ジメチ  
19 ルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(III)試液2mLを加えて振  
20 り混ぜ、5～10分間放置するとき、液は深青色を呈する。  
21 (3) 本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム  
22 試液1滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

23 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20} : +48 \sim +57^\circ$ (乾燥後, 0.25g, 水,  
24 25mL, 100mm)。

25 pH (2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～  
26 5.0である。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
29 ～淡黄色澄明である。

30 (2) エルゴタミン又はエルゴトキシシン 本品0.02gに水酸  
31 化ナトリウム溶液(1→10)2mLを加え、沸騰するまで加熱す  
32 るとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

33 (3) 類縁物質 本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準  
34 品5.0mgずつをとり、メタノール1mLを正確に加えて溶かし、  
35 試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロ  
36 マトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標  
37 準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル及  
38 び希水酸化ナトリウム試液を用いて調製した薄層板にスポッ  
39 トする。次にクロロホルム/メタノール混液(4 : 1)を展開溶  
40 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにp  
41 -ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧すると  
42 き、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、赤紫色を呈  
43 し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。また、試料溶液には、標準溶  
44 液のスポットに対応する位置以外にスポットを認めない。

45 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(0.2g, シリカゲル, 4時間)。

46 定量法 本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケ

47 ーター(シリカゲル)で4時間乾燥し、その約10mgずつを精密  
48 に量り、それぞれを水に溶かし、正確に250mLとし、試料  
49 溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2mLずつ  
50 を正確に量り、褐色の共栓試験管にとり、氷冷しながら4-  
51 ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(III)試液4mLを正  
52 確に加え、45°Cで10分間加温した後、室温で20分間放置す  
53 る。これらの液につき、水2mLを用いて同様に操作して得  
54 た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験  
55 を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長  
56 550nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

57 エルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の量  
58 (mg)

59  $= M_S \times A_T / A_S$

60 M<sub>S</sub> : エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

61 貯法

62 保存条件 遮光して保存する。

63 容器 気密容器。

# 1 エルゴメトリンマレイン酸塩錠

## 1 エルゴメトリンマレイン酸塩錠

2 Ergometrine Maleate Tablets

3 マレイン酸エルゴメトリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
5 エルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$  :  
6 441.48)を含む。

7 製法 本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり、錠剤の  
8 製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「エルゴメトリンマ  
10 レイン酸塩」3mgに対応する量を取り、温湯15mLを加えて  
11 振り混ぜ、ろ過するとき、ろ液は青色の蛍光を発する。また、  
12 このろ液につき、「エルゴメトリンマレイン酸塩」の確認試  
13 験(2)及び(3)を準用する。

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

16 本品1個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり、1mL中にエルゴ  
17 メトリンマレイン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )約40 $\mu$ gを含む  
18 液となるようにL-酒石酸溶液(1→100)VmLを正確に加え、  
19 密栓して30分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液  
20 を試料溶液とする。別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品  
21 をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し、その約4mgを  
22 精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液と  
23 する。試料溶液及び標準溶液4mLずつを正確に量り、褐色  
24 の共栓試験管にとり、氷冷しながら4-ジメチルアミノベン  
25 ズアルデヒド・塩化鉄(III)試液8mLを正確に加え、振り混ぜ  
26 た後、常温で1時間放置する。これらの液につき、水4mLを  
27 用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測  
28 定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から  
29 得たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を  
30 測定する。

31 エルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の量  
32 (mg)

$$33 = M_S \times A_T / A_S \times V / 100$$

34  $M_S$ : エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

35 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
36 とする。エルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot$   
37  $C_4H_4O_4$ )約2mgに対応する量を精密に量り、ガラスろ過器  
38 (G4)に入れ、L-酒石酸溶液(1→100)10mLを加え、よくか  
39 き混ぜながらろ過する。更に同様の操作を3回繰り返す、全  
40 る液を合わせ、L-酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に  
41 50mLとし、試料溶液とする。別にエルゴメトリンマレイン  
42 酸塩標準品をデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し、そ  
43 の約2mgを精密に量り、L-酒石酸溶液(1→100)に溶かし正  
44 確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
45 2mLを正確に量り、以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」  
46 の定量法を準用する。

47 エルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の量  
48 (mg)

$$49 = M_S \times A_T / A_S$$

50  $M_S$ : エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

51 貯法

52 保存条件 遮光して保存する。

53 容器 密閉容器。

## 1 エルゴメトリンマレイン酸塩注射液

2 Ergometrine Maleate Injection

3 マレイン酸エルゴメトリン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
6 エルゴメトリンマレイン酸塩 ( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$  :  
7 441.48)を含む。

8 製法 本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり、注射剤  
9 の製法により製する。

10 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

11 pH : 2.7～3.5

## 12 確認試験

13 (1) 本品の表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」  
14 3mgに対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴  
15 上で濃縮して15mLとし、試料溶液とする。試料溶液は青色  
16 の蛍光を発する。

17 (2) (1)の試料溶液1mLにアンモニア試液1mLを加え、ジ  
18 エチルエーテル20mLで抽出する。ジエチルエーテル抽出液  
19 に希硫酸1mLを加えて振り混ぜた後、水浴上でジエチルエ  
20 ーテルを留去し、冷後、残留液に4-ジメチルアミノベンズ  
21 アルデヒド・塩化鉄(III)試液2mLを加え、5～10分間放置す  
22 るとき、液は深青色を呈する。

23 (3) (1)の試料溶液5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を  
24 加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

25 エンドトキシン (4.01) 1500EU/mg未満。

26 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

27 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

28 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

29 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
30 適合する。

31 定量法 本品のエルゴメトリンマレイン酸塩 ( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot$   
32  $C_4H_4O_4$ )約2mgに対応する容量を正確に量り、この液に塩化  
33 ナトリウムを1mLにつき0.3gの割合で加え、次にジエチル  
34 エーテル20mL及びアンモニア試液2mLを加え、振り混ぜて  
35 抽出する。更にジエチルエーテル15mLずつで3回抽出し、  
36 全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム  
37 5gを加え、脱脂綿を用いてろ過し、ジエチルエーテル5mL  
38 ずつで3回洗う。洗液をろ液に合わせ、希硫酸5mLを加えて  
39 振り混ぜた後、加温しながら窒素を送りジエチルエーテルを  
40 留去する。残留液に水を加えて正確に50mLとし、試料溶液  
41 とする。別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケー  
42 ター(シリカゲル)で4時間乾燥し、その約2mgを精密に量り、  
43 水に溶かし、正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
44 及び標準溶液2mLずつを正確に量り、以下「エルゴメトリ  
45 ンマレイン酸塩」の定量法を準用する。

46 エルゴメトリンマレイン酸塩 ( $C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の量  
47 (mg)

$$48 = M_S \times A_T / A_S$$

49  $M_S$  : エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

## 50 貯法

51 保存条件 遮光して、冷所に保存する。

## 1 塩化亜鉛

### 1 塩化亜鉛

2 Zinc Chloride

3  $\text{ZnCl}_2$  : 136.29

4 本品は定量するとき、塩化亜鉛( $\text{ZnCl}_2$ )97.0%以上を含む。

5 性状 本品は白色の結晶性の粉末、棒状又は塊で、においはな  
6 い。

7 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす  
8 いが、わずかに混濁することがある。この混濁は塩酸少量を  
9 加えるとき澄明となる。

10 本品1.0gを水2mLに溶かした液のpHは3.3~5.3である。

11 本品は潮解性である。

12 確認試験 本品の水溶液(1→30)は亜鉛塩及び塩化物の定性反  
13 応(1.09)を呈する。

14 純度試験

15 (1) 溶状 本品1.0gに水10mL及び塩酸2滴を加えて溶か  
16 すとき、液は無色澄明である。

17 (2) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
18 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)。

19 (3) アンモニウム 本品0.5gを水5mLに溶かし、水酸化  
20 ナトリウム溶液(1→6)10mLを加えて加温するとき、発生す  
21 るガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

22 (4) 重金属 本品0.5gをネスラー管にとり、水5mLに溶  
23 かし、シアン化カリウム試液15mLを加え、よく振り混ぜ、  
24 硫化ナトリウム試液1滴を加え、5分間後に白色の背景を用  
25 いて上方から直ちに観察するとき、液の色は次の比較液より  
26 濃くない。

27 比較液：鉛標準液2.5mLに水3mL及びシアン化カリウム  
28 試液15mLを加え、よく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液  
29 1滴を加える(50ppm以下)。

30 (5) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品2.0gを水  
31 120mLに溶かし、硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完  
32 結させ、水を加えて200mLとし、よく振り混ぜた後、乾燥  
33 る紙を用いてろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液  
34 100mLをとり、硫酸3滴を加え、蒸発乾固し、残留物を恒量  
35 になるまで600°Cで強熱するとき、その量は10.0mg以下で  
36 ある。

37 (6) ヒ素(1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を  
38 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

39 (7) オキシ塩化物 本品0.25gに水5mL及びエタノール  
40 (95)5mLを加え、穏やかに振り混ぜ、1mol/L塩酸0.30mLを  
41 加えるとき、液は澄明である。

42 定量法 本品約0.3gを精密に量り、希塩酸0.4mL及び水を加え  
43 て溶かし正確に200mLとし、この液20mLを正確に量り、水  
44 80mL、pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液  
45 2mLを加え、0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナ  
46 トリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：エリオクロムブラッ  
47 クT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)。

48 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

49 1mL

50 =1.363mg  $\text{ZnCl}_2$

51 貯法 容器 気密容器。

1 塩化インジウム( $^{111}\text{In}$ )注射液

1 塩化インジウム( $^{111}\text{In}$ )注射液

2 Indium ( $^{111}\text{In}$ ) Chloride Injection

- 3 本品は水性の注射剤である。
- 4 本品はインジウム-111を塩化インジウムの形で含む。
- 5 本品は放射性医薬品基準の塩化インジウム( $^{111}\text{In}$ )注射液の
- 6 条に適合する。
- 7 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒
- 8 子試験法を適用しない。
- 9 性状 本品は無色澄明の液である。

## 1 塩化カリウム

### 1 塩化カリウム

#### 2 Potassium Chloride

#### 3 KCl : 74.55

4 本品を乾燥したものは定量するとき、塩化カリウム  
5 (KCl)99.0%以上を含む。

6 性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい  
7 はなく、味は塩辛い。

8 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
9 テルにほとんど溶けない。

10 本品の水溶液(1→10)は中性である。

11 確認試験 本品の水溶液(1→50)はカリウム塩及び塩化物の定  
12 性反応(1.09)を呈する。

#### 13 純度試験

14 (1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
15 明である。

16 (2) 酸又はアルカリ 本品5.0gに新たに煮沸して冷却した  
17 水50mLを正確に加えて溶かし、フェノールフタレイン試液  
18 3滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。これに0.01mol/L  
19 水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき、液は赤色を呈す  
20 る。

21 (3) 臭化物 本品1.0gを水に溶かし、100mLとする。こ  
22 の液5mLに希塩酸3滴及びクロロホルム1mLを加え、トルエ  
23 ンスルホンクロアミドナトリウム試液3滴を振り混ぜなが  
24 ら滴加するとき、クロロホルム層は黄色～黄赤色を呈しない。

25 (4) ヨウ化物 本品0.5gを水10mLに溶かし、塩化鉄(III)  
26 試液3滴及びクロロホルム1mLを加えて振り混ぜ、30分間放  
27 置し、再び振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色～紫色  
28 を呈しない。

29 (5) 重金属(1.07) 本品4.0gをとり、第1法により操作し、  
30 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以  
31 下)。

32 (6) カルシウム又はマグネシウム 本品0.20gを水20mL  
33 に溶かし、アンモニア試液2mL、シュウ酸アンモニウム試  
34 液2mL及びリン酸水素二ナトリウム試液2mLを加え、5分間  
35 放置するとき、液は混濁しない。

36 (7) ナトリウム 本品1.0gを水20mLに溶かし、炎色反応  
37 試験(1)(1.04)を行うとき、持続する黄色を呈しない。

38 (8) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 130°C, 2時間)。

41 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水50mLに  
42 溶かし、強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定  
43 (2.50)する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴)。

44 0.1mol/L硝酸銀液1mL=7.455mg KCl

45 貯法 容器 気密容器。

1 塩化カルシウム水和物

1 塩化カルシウム水和物

2 Calcium Chloride Hydrate

3 塩化カルシウム

4  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 147.01

5 本品は定量するとき、塩化カルシウム水和物( $\text{CaCl}_2 \cdot$   
6  $2\text{H}_2\text{O}$ )96.7~103.3%を含む。

7 性状 本品は白色の粒又は塊で、においはない。

8 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にやや溶け  
9 やすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

10 本品は潮解性である。

11 確認試験 本品の水溶液(1→10)はカルシウム塩及び塩化物の  
12 定性反応 (1.09) を呈する。

13 pH (2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶  
14 かした液のpHは4.5~9.2である。

15 純度試験

16 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
17 明である。

18 (2) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
19 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下)。

20 (3) 次亜塩素酸塩 本品0.5gを水5mLに溶かし、希塩酸2  
21 ~3滴及びヨウ化亜鉛デンプン試液2~3滴を加えるとき、液  
22 は直ちに青色を呈しない。

23 (4) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
24 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
25 下)。

26 (5) 鉄、アルミニウム又はリン酸塩 本品1.0gをネスラー  
27 管にとり、水20mL及び希塩酸1滴を加えて溶かした後に煮  
28 沸する。冷後、アンモニア試液3滴を加え、沸騰するまで加  
29 熱するとき、液は混濁又は沈殿を生じない。

30 (6) バリウム 本品0.5gを水5mLに溶かし、希塩酸2滴及  
31 び硫酸カリウム試液2mLを加え、10分間放置するとき、液  
32 は混濁しない。

33 (7) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 定量法 本品約0.4gを精密に量り、水に溶かし、正確に  
36 200mLとする。この液20mLを正確に量り、水40mL及び  
37 8mol/L水酸化カリウム試液2mLを加え、更にNN指示薬0.1g  
38 を加えた後、直ちに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水  
39 素二ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点  
40 は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

41 0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

42 1mL

43 =2.940mg  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

44 貯法 容器 気密容器。



## 1 塩化カルシウム注射液

### 1 塩化カルシウム注射液

#### 2 Calcium Chloride Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 塩化カルシウム( $\text{CaCl}_2$ : 110.98)を含む。

6 本品の濃度は塩化カルシウム( $\text{CaCl}_2$ )の量で表示する。

7 製法 本品は「塩化カルシウム水和物」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品はカルシウム塩及び塩化物の定性反応 (1.09)  
11 を呈する。

12 pH (2.54) 4.5～7.5

13 エンドトキシン (4.01) 0.30EU/mg未満。

14 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

15 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

16 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

17 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
18 適合する。

19 定量法 本品の塩化カルシウム( $\text{CaCl}_2$ )約0.4gに対応する容量  
20 を正確に量り、以下「塩化カルシウム水和物」の定量法を準  
21 用する。

22 0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

23 1mL

24 =2.220mg  $\text{CaCl}_2$

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

1 塩化タリウム( $^{201}\text{Tl}$ )注射液

1 塩化タリウム( $^{201}\text{Tl}$ )注射液

2 Thallium ( $^{201}\text{Tl}$ ) Chloride Injection

- 3 本品は水性の注射剤である。
- 4 本品はタリウム-201を塩化第一タリウムの形で含む。
- 5 本品は放射性医薬品基準の塩化タリウム( $^{201}\text{Tl}$ )注射液の条
- 6 に適合する。
- 7 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒
- 8 子試験法を適用しない。
- 9 性状 本品は無色澄明の液である。

# 1 塩化ナトリウム

## 1 塩化ナトリウム

2 Sodium Chloride

3 食塩

4 NaCl : 58.44

5 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
6 各条である。

7 なお、三薬局方で調和されていない部分は「**◆**」で囲むことに  
8 より示す。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し塩化ナトリウ  
10 ム(NaCl)99.0~100.5%を含む。

11 **◆**性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶け  
13 ない。**◆**

### 14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応  
16 (1.09)を呈する。

17 (2) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応 (1.09)を呈  
18 する。

### 19 純度試験

20 **◆**(1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
21 明である。**◆**

22 (2) 酸又はアルカリ 本品20.0gを新たに煮沸して冷却し  
23 た水100.0mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液20mLに  
24 プロモチモールブルー試液0.1mL及び0.01mol/L塩酸0.5mL  
25 を加えるとき、液の色は黄色である。また、試料溶液20mL  
26 にプロモチモールブルー試液0.1mL及び0.01mol/L水酸化ナ  
27 トリウム液0.5mLを加えるとき、液の色は青色である。

28 (3) 硫酸塩 (2)の試料溶液7.5mLに水を加えて30mLとし、  
29 試料溶液とする。別に硫酸カリウム0.181gを薄めたエタノ  
30 ール(3→10)に溶かし、正確に500mLとする。この液5mLを  
31 正確に量り、薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に  
32 100mLとする。この液4.5mLに塩化バリウム二水和物溶液  
33 (1→4)3mLを加えて振り混ぜ、1分間放置する。この液  
34 2.5mLに試料溶液15mL及び酢酸(31)0.5mLを加えて5分間放  
35 置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

36 比較液：硫酸カリウム0.181gを水に溶かし、正確に  
37 500mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて  
38 正確に100mLとする。この液を試料溶液の代わりに用  
39 いて、同様に操作する。

40 (4) リン酸塩 (2)の試料溶液2.0mLに2mol/L硫酸試液  
41 5mL及び水を加えて100.0mLとし、これにセモリブデン酸  
42 六アンモニウム・硫酸試液4mL及び塩化スズ(II)・塩酸試液  
43 0.1mLを加え、10分間放置するとき、液の色は次の比較液  
44 より濃くない。

45 比較液：リン酸標準液1.0mLに2mol/L硫酸試液12.5mL及  
46 び水を加えて正確に250mLとする。この液100mLにセ  
47 モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液4mL及び塩化  
48 スズ(II)・塩酸試液0.1mLを加え、以下同様に操作する。

49 (5) 臭化物 (2)の試料溶液0.50mLに水4.0mL、希フェ  
50 ーノールレッド試液2.0mL及びトルエンシルホンクロロアミドナ

51 トリウム三水和物溶液(1→10000)1.0mLを加え、直ちに混和  
52 する。2分間放置後、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液  
53 0.15mLを加えて混和した後、水を加えて正確に10mLとし、  
54 試料溶液とする。別に臭化カリウム溶液(3→  
55 100000)5.0mLをとり、希フェノールレッド試液2.0mL及  
56 びトルエンシルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(1  
57 →10000)1.0mLを加え、直ちに混和する。以下試料溶液の  
58 調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、  
59 水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を  
60 行うとき、波長590nmにおける試料溶液の吸光度は、標準  
61 溶液の吸光度より大きくない。

62 (6) ヨウ化物 本品5gに新たに製したデンプン試液/  
63 0.5mol/L硫酸試液/亜硝酸ナトリウム試液混液(1000 : 40 :  
64 3)0.15mLを滴加して潤し、5分間放置し、直射日光下で観察  
65 するとき、青色を呈しない。

66 (7) フェロシアン化合物 本品2.0gを水6mLに溶かし、  
67 硫酸鉄(II)七水和物溶液(1→100)/硫酸アンモニウム鉄(III)  
68 十二水和物の薄めた硫酸(1→400)溶液(1→100)混液(19 :  
69 1)0.5mLを加えるとき、液は10分以内に青色を呈しない。

70 **◆**(8) 重金属 (1.07) 本品5.0gをとり、第1法により操作  
71 し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.5mLを加える(3ppm  
72 以下)。**◆**

73 (9) 鉄 (2)の試料溶液10mLにクエン酸一水和物溶液(1→  
74 5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え、アンモニア試液で  
75 アルカリ性とした後、水を加えて20mLとする。5分間放置  
76 するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

77 比較液：鉄標準液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
78 25mLとする。この液10mLにクエン酸一水和物溶液(1  
79 →5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え、以下同様に  
80 操作する。

81 (10) バリウム (2)の試料溶液5.0mLに水5.0mL及び希硫  
82 酸2.0mLを加え、2時間放置するとき、液の混濁は次の比較  
83 液より濃くない。

84 比較液：(2)の試料溶液5.0mLに水7.0mLを加え、2時間放  
85 置する。

86 (11) マグネシウム及びアルカリ土類金属 水200mLに塩  
87 酸ヒドロキシアンモニウム0.1g、pH10の塩化アンモニウム  
88 緩衝液10mL、0.1mol/L硫酸亜鉛液1mL及びエリオクロムブ  
89 ラックT・塩化ナトリウム指示薬0.2gを加え、40℃に加温す  
90 る。この液に0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナ  
91 トリウム液を液の赤紫色が青紫色になるまで滴加する。この  
92 液に本品10.0gを水100mLに溶かした液及び0.01mol/Lエチ  
93 レンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液2.5mLを加えると  
94 き、液の色は青紫色である。

95 **◆**(12) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を  
96 調製し、試験を行う(2ppm以下)。**◆**

97 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 2時間)。

98 定量法 本品約50mgを精密に量り、水50mLに溶かし、  
99 0.1mol/L硝酸銀液で滴定 (2.50)する(電位差滴定法)。

100 0.1mol/L硝酸銀液1mL=5.844mg NaCl

101 **◆**貯法 容器 気密容器。**◆**

1 10%塩化ナトリウム注射液

1 10%塩化ナトリウム注射液

2 10% Sodium Chloride Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、塩化ナトリウム(NaCl: 58.44)9.5~

5 10.5w/v%を含む。

6 製法

塩化ナトリウム	100g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、注射剤の製法により製する。

8 性状 本品は無色澄明の液で、塩味がある。

9 本品は中性である。

10 確認試験 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応 (1.09)

11 を呈する。

12 エンドトキシン (4.01) 3.6EU/mL未満。

13 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

14 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

15 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

16 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

17 適合する。

18 定量法 本品10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLと

19 する。この液20mLを正確に量り、水30mLを加え、強く振

20 り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定 (2.50) する(指示薬:

21 フルオレセインナトリウム試液3滴)。

22 0.1mol/L硝酸銀液1mL=5.844mg NaCl

23 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容

24 器を使用することができる。

## 1 塩酸

### 1 塩酸

#### 2 Hydrochloric Acid

3 本品は定量するとき、塩化水素(HCl : 36.46)35.0~38.0%  
4 を含む。

5 性状 本品は無色の液で、刺激性のにおいがある。

6 本品は発煙性であるが、2倍容量の水で薄めると、発煙性  
7 はなくなる。

8 比重  $d_{20}^{20}$  : 約1.18

#### 9 確認試験

10 (1) 本品の液面にアンモニア試液で潤したガラス棒を近づ  
11 けると、濃い白煙を生じる。

12 (2) 本品の水溶液(1→100)は青色リトマス紙を赤変し、塩  
13 化物の定性反応 (1.09) を呈する。

#### 14 純度試験

15 (1) 硫酸塩 本品15mLに水を加えて50mLとし、試料溶  
16 液とする。試料溶液3.0mLに水5mL及び塩化バリウム試液5  
17 滴を加え、1時間放置するとき、液は混濁しない。

18 (2) 亜硫酸塩 (1)の試料溶液3.0mLに水5mL及びヨウ素  
19 試液1滴を加えるとき、試液の色は消えない。

20 (3) 臭化物又はヨウ化物 (1)の試料溶液10mLを共栓試験  
21 管にとり、クロロホルム1mL及び0.002mol/L過マンガン酸  
22 カリウム液1滴を加え、よく振り混ぜるとき、クロロホルム  
23 層は着色しない。

24 (4) 臭素又は塩素 (1)の試料溶液10mLを共栓試験管にと  
25 り、ヨウ化カリウム試液5滴及びクロロホルム1mLを加えて  
26 1分間振り混ぜるとき、クロロホルム層は紫色を呈しない。

27 (5) 重金属 (1.07) 本品5mLを水浴上で蒸発乾固し、残  
28 留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液  
29 とし、試験を行う。比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL  
30 及び水を加えて50mLとする(5ppm以下)。

31 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.7mLをとる、第1法により検液を  
32 調製し、試験を行う(1ppm以下)。

33 (7) 水銀 本品20mLに水を加えて正確に100mLとし、試  
34 料溶液とする。試料溶液につき、原子吸光度法 (2.23) (冷  
35 蒸気方式)により試験を行う。試料溶液を原子吸光分析装置  
36 の検水瓶に入れ、塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え、直  
37 ちに原子吸光分析装置を連結し、空気を循環させ、波長  
38 253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示した  
39 ときの吸光度を測定し、 $A_T$ とする。別に水銀標準液8mLを  
40 とり、水を加えて正確に100mLとした液につき、試料溶液  
41 と同様に操作して調製した液から得た吸光度を $A_S$ とする  
42 き、 $A_T$ は $A_S$ より小さい(0.04ppm以下)。

43 強熱残分 (2.44) 本品10mLを正確に量り、硫酸2滴を加えて  
44 蒸発乾固し、更に強熱するとき、残分は1.0mg以下である。

45 定量法 共栓フラスコに水20mLを入れて質量を精密に量り、  
46 これに本品約3mLを加えて再び精密に量る。次に水25mLを  
47 加え、1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示  
48 薬：メチルレッド試液2~3滴)。

49 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=36.46mg HCl

50 貯法 容器 気密容器。

## 1 希塩酸

### 1 希塩酸

#### 2 Dilute Hydrochloric Acid

3 本品は定量するとき、塩化水素(HCl : 36.46)9.5～  
4 10.5w/v%を含む。

5 性状 本品は無色の液で、においはなく、強い酸味がある。

6 比重  $d_{20}^{20}$  : 約1.05

7 確認試験 本品の水溶液(1→30)は青色リトマス紙を赤変し、  
8 塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

#### 9 純度試験

10 (1) 硫酸塩 本品3.0mLに水5mL及び塩化バリウム試液5  
11 滴を加え、1時間放置するとき、液は混濁しない。

12 (2) 亜硫酸塩 本品3.0mLに水5mL及びヨウ素試液1滴を  
13 加えるとき、試液の色は消えない。

14 (3) 臭化物又はヨウ化物 本品10mLを共栓試験管にとり、  
15 クロロホルム1mL及び0.002mol/L過マンガン酸カリウム液1  
16 滴を加え、よく振り混ぜるとき、クロロホルム層は着色しな  
17 い。

18 (4) 臭素又は塩素 本品10mLを共栓試験管にとり、ヨウ  
19 化カリウム試液5滴及びクロロホルム1mLを加えて1分間振  
20 り混ぜるとき、クロロホルム層は紫色を呈しない。

21 (5) 重金属(1.07) 本品9.5mLを水浴上で蒸発乾固し、  
22 残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
23 液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸  
24 2mL及び水を加えて50mLとする(3ppm以下)。

25 (6) ヒ素(1.11) 本品4.0mLをとり、第1法により検液を  
26 調製し、試験を行う(0.5ppm以下)。

27 (7) 水銀 本品80mLに水を加えて正確に100mLとし、試  
28 料溶液とする。試料溶液につき、原子吸光度法(2.23)(冷  
29 蒸気方式)により試験を行う。試料溶液を原子吸光分析装置  
30 の検水瓶に入れ、塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え、直  
31 ちに原子吸光分析装置を連結し、空気を循環させ、波長  
32 253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示した  
33 ときの吸光度を測定し、 $A_T$ とする。別に水銀標準液8mLを  
34 とり、水を加えて正確に100mLとした液につき、試料溶液  
35 と同様に操作して調製した液から得た吸光度を $A_S$ とすると  
36 き、 $A_T$ は $A_S$ より小さい(0.01ppm以下)。

37 強熱残分(2.44) 本品10mLを正確に量り、硫酸2滴を加えて  
38 蒸発乾固し、更に強熱するとき、残分は1.0mg以下である。

39 定量法 本品10mLを正確に量り、水20mLを加え、1mol/L水  
40 酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：メチルレッド  
41 試液2～3滴)。

42 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=36.46mg HCl

43 貯法 容器 気密容器。

1 塩酸リモナーデ

1 塩酸リモナーデ

2 Hydrochloric Acid Lemonade

3 製法

希塩酸	5mL
単シロップ	80mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

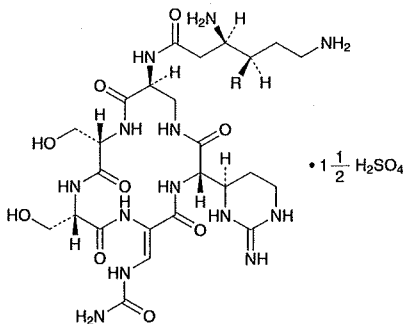
- 4 以上をとり、リモナーデ剤の製法により用時製する。
- 5 性状 本品は無色澄明の液で、甘味及び清涼な酸味がある。
- 6 貯法 容器 気密容器。

1 エンビオマイシン硫酸塩

1 エンビオマイシン硫酸塩

2 Enviomycin Sulfate

3 硫酸エンビオマイシン



ツベラクチノマイシンN: R=OH

ツベラクチノマイシンO: R=H

5 ツベラクチノマイシンN硫酸塩

6  $C_{25}H_{43}N_{13}O_{10} \cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$ : 832.81

7 ツベラクチノマイシンO硫酸塩

8  $C_{25}H_{43}N_{13}O_9 \cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$ : 816.81

9 ツベラクチノマイシンN硫酸塩

10 (3R,4R)-N-[(3S,9S,12S,15S)-9,12-Bis(hydroxymethyl)-  
11 3-[(4R)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2,5,8,11,14-  
12 pentaoxo-6-(Z)-urcidomethylene-1,4,7,10,13-  
13 pentaazacyclohexadec-15-yl]-3,6-diamino-4-  
14 hydroxyhexanamide sesquisulfate  
15 [33103-22-9, ツベラクチノマイシンN]

16 ツベラクチノマイシンO硫酸塩

17 (3S)-N-[(3S,9S,12S,15S)-9,12-Bis(hydroxymethyl)-  
18 3-[(4R)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2,5,8,11,14-  
19 pentaoxo-6-(Z)-urcidomethylene-1,4,7,10,13-  
20 pentaazacyclohexadec-15-yl]-3,6-diaminohexanamide  
21 sesquisulfate  
22 [33137-73-4, ツベラクチノマイシンO]

23 本品は, *Streptomyces griseovorticillatus* var.  
24 *tuberacticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するペ  
25 プチド系化合物の混合物の硫酸塩である。

26 本品は定量するとき, 換算した乾燥物1mg当たり770  
27  $\mu\text{g}$ (力価)以上を含む。ただし, 本品の力価は, ツベラクチノ  
28 マイシンN( $C_{25}H_{43}N_{13}O_{10}$ : 685.69)としての量を質量(力価)  
29 で示す。

30 性状 本品は白色の粉末である。

31 本品は水に極めて溶けやすく, エタノール(99.5)にほとん  
32 ど溶けない。

33 確認試験

34 (1) 本品の水溶液(1→200)5mLに水酸化ナトリウム試液  
35 1.5mLを加え, 更に, 硫酸銅(II)試液3mLに0.01mol/Lク  
36 エン酸試液を加えて100mLとした液1滴を加えるとき, 液は青  
37 紫色を呈する。

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

42 (3) 本品の水溶液(1→20)2mLに塩化バリウム試液1滴を  
43 加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

44 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : -16~-22°(乾燥物に換算したもの  
45 0.5g, 水, 50mL, 100mm)。

46 pH(2.54) 本品2.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5~  
47 7.5である。

48 成分含量比 本品0.1gを水に溶かして100mLとし, 試料溶液  
49 とする。試料溶液3 $\mu\text{L}$ につき, 次の条件で液体クロマトグラ  
50 フィー(2.01)により試験を行い, 自動積分法によりツベラ  
51 クチノマイシンN及びツベラクチノマイシンO(ツベラクチノ  
52 マイシンNに対する相対保持時間 $1.4 \pm 0.4$ )のピーク面積 $A_{T1}$   
53 及び $A_{T2}$ を測定するとき,  $A_{T2}/(A_{T1} + A_{T2})$ は0.090~0.150で  
54 ある。

55 試験条件

56 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)  
57 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu\text{m}$   
58 の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。  
59 カラム温度: 25°C付近の一定温度  
60 移動相: 酢酸アンモニウム試液/1,4-ジオキサン/テ  
61 トラヒドロフラン/水/アンモニア水(28)混液(100:  
62 75:50:23:2)  
63 流量: ツベラクチノマイシンNの保持時間が約9分にな  
64 るように調整する。

65 システム適合性

66 システムの性能: 試料溶液3 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で操  
67 作するとき, ツベラクチノマイシンN, ツベラクチノ  
68 マイシンOの順に溶出し, その分離度は1.5以上であ  
69 る。

70 システムの再現性: 試料溶液3 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で  
71 試験を6回繰り返すとき, ツベラクチノマイシンNの  
72 ピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 純度試験

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

76 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり, 第1法により操作し,  
77 試験を行う。ただし, 比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
78 (10ppm以下)。

79 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり, 第1法により検液を調  
80 製し, 試験を行う(1ppm以下)。

81 乾燥減量(2.41) 4.0%以下(0.2g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
82 3時間)。

83 定量法 次の条件に従い, 抗生物質の微生物学的力価試験法  
84 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

85 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

86 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

87 (iii) 標準溶液 エンビオマイシン硫酸塩標準品約20mg(力  
88 価)に対応する量を精密に量り, 水に溶かして正確に20mL  
89 とし, 標準原液とする。標準原液は5°C以下に保存し, 10日  
90 以内に使用する。用時, 標準原液適量を正確に量り, pH8.0  
91 の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に400 $\mu\text{g}$ (力価)及



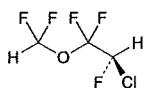
## 2 エンビオマイシン硫酸塩

- 92 び100 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃  
93 度標準溶液とする。
- 94 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
95 り、水に溶かして正確に20mLとする。この液適量を正確に  
96 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
97 400 $\mu$ g(力価)及び100 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料  
98 溶液及び低濃度試料溶液とする。
- 99 貯法 容器 気密容器。

# 1 エンフルラン

## 1 エンフルラン

### 2 Enflurane



4  $C_3H_2ClF_5O$  : 184.49

5 (2*RS*)-2-Chloro-1-(difluoromethoxy)-1,1,2-trifluoroethane

6 [1338-16-9]

7 性状 本品は無色透明の液である。

8 本品は水に溶けにくい。

9 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する。

10 本品は揮発性で引火性はない。

11 本品は旋光性を示さない。

12 沸点 : 54~57°C

### 13 確認試験

14 (1) 本品50 $\mu$ Lをとり、水40mLを吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応(1.09)を呈する。

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

21 屈折率(2.45)  $n_D^{20}$  : 1.302~1.304

22 比重(2.56)  $d_{20}^{20}$  : 1.520~1.540

### 23 純度試験

24 (1) 酸又はアルカリ 本品60mLに新たに煮沸して冷却した水60mLを加え、3分間振り混ぜた後、水層を分取し、試料溶液とする。試料溶液20mLにプロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき、液の色は紫色である。また、試料溶液20mLにプロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.06mLを加えるとき、液の色は黄色である。

31 (2) 塩化物(1.03) 本品20gをとり、水20mLを加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。この液10mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.001%以下)。

36 (3) 類縁物質 本品5 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い、試料注入直後の空気のピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、エンフルラン以外の物質の量は0.10%以下である。

### 試験条件

42 検出器 : 熱伝導度型検出器

43 カラム : 内径3mm、長さ3mの管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステルを180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充てんする。

47 カラム温度 : 80°C付近の一定温度

48 キャリヤーガス : ヘリウム

49 流量 : エンフルランの保持時間が約3分になるように調

50 整する。

51 面積測定範囲 : エンフルランの保持時間の約3倍の範囲  
52 システム適合性

53 検出の確認 : 本品1mLを正確に量り、2-プロパノール  
54 を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に  
55 量り、2-プロパノールを加えて正確に10mLとし、  
56 システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試  
57 験用溶液1mLを正確に量り、2-プロパノールを加え  
58 て正確に10mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たエンフル  
59 ランのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のエ  
60 ンフルランのピーク面積の7~13%になることを確認  
61 する。

62 システムの性能 : エンフルラン5mLと2-プロパノール  
63 5mLを混和する。この液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
64 作するとき、エンフルラン、2-プロパノールの順に  
65 流出し、その分離度は2.0以上である。

66 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液5 $\mu$ Lにつ  
67 き、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、エンフル  
68 ランのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

69 (4) 蒸発残留物 本品65mLを正確に量り、水浴上で蒸発  
70 乾固した後、残留物を105°Cで1時間乾燥するとき、その量  
71 は1.0mg以下である。

72 水分(2.48) 0.10%以下(10g、容量滴定法、直接滴定)。

### 73 貯法

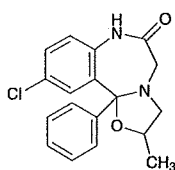
74 保存条件 30°C以下で保存する。

75 容器 気密容器。

# 1 オキサゾラム

## 1 オキサゾラム

### 2 Oxazolam



4 C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : 328.79

5 10-Chloro-2-methyl-11b-phenyl-2,3,7,11b-

6 tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-d][1,4]benzodiazepin-

7 6(5H)-one

8 [24143-17-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、オキサゾラム  
10 (C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味は  
12 ない。

13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、1,4-ジオキサン又はジク  
14 ロロメタンにやや溶けやすく、エタノール(95)又はジエチル  
15 エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

16 本品は希塩酸に溶ける。

17 本品は光によって徐々に着色する。

18 融点：約187°C(分解)。

#### 19 確認試験

20 (1) 本品0.01gにエタノール(95)10mLを加え、加熱して溶  
21 かしした後、塩酸1滴を加えるとき、液は淡黄色を呈し、紫外  
22 線(主波長365nm)を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。  
23 また、この液に水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき、  
24 液の色及び蛍光は直ちに消える。

25 (2) 本品0.01gをとり、希塩酸5mLを加え、水浴中で10分  
26 間加熱して溶かし、冷却する。この液1mLは芳香族第一ア  
27 ミンの定性反応(1.09)を呈する。

28 (3) 本品2gを200mLのフラスコに量り、エタノール  
29 (95)50mL及び6mol/L塩酸試液25mLを加え、還流冷却器を  
30 付け5時間加熱還流する。冷後、水酸化ナトリウム溶液(1→  
31 4)で中和した後、ジクロロメタン30mLで抽出する。抽出液  
32 に無水硫酸ナトリウム3gを加えて脱水し、ろ過した後、ジ  
33 クロロメタンを留去する。残留物にメタノール20mLを加え  
34 水浴上で加熱して溶かしした後、氷水中で急冷する。析出した  
35 結晶をろ取し、減圧、60°Cで1時間乾燥するとき、その融点  
36 (2.60)は96~100°Cである。

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

42 (5) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
43 色を呈する。

44 吸光度(2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$ (246nm) : 410~430(乾燥後、1mg, エタ  
45 ノール(95), 100mL)。

#### 46 純度試験

47 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り

48 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液25mLをとり、  
49 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
50 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える  
51 (0.014%以下)。

52 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
53 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
54 下)。

55 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをケルダールフラスコに入れ、  
56 硫酸5mL及び硝酸5mLを加え、穏やかに加熱する。更に  
57 時々硝酸2~3mLずつを追加して液が無色~淡黄色となるま  
58 で加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液  
59 15mLを加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して2~  
60 3mLとする。冷後、水を加えて10mLとし、この液を検液と  
61 し、試験を行う(2ppm以下)。

62 (4) 類縁物質 本品0.05gをジクロロメタン10mLに溶か  
63 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、ジクロロ  
64 メタンを加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これ  
65 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
66 を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグ  
67 ラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板  
68 にスポットする。風乾後直ちにトルエン/アセトン混液(8:  
69 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
70 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
71 得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポッ  
72 トより濃くない。

73 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

75 定量法 本品を乾燥し、その約0.65gを精密に量り、酢酸(100)  
76 /1,4-ジオキサン混液(1:1)100mLに溶かし、0.1mol/L過  
77 塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬：クリスタルバイオレット  
78 試液2滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑  
79 色に変わるするときとする。同様の方法で空試験を行い、補正す  
80 る。

81 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.88mg C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

#### 82 貯法

83 保存条件 遮光して保存する。

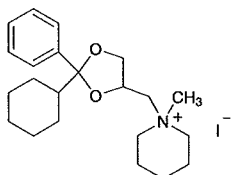
84 容器 気密容器。

# 1 オキサピウムヨウ化物

## 1 オキサピウムヨウ化物

2 Oxapium Iodide

3 ヨウ化オキサピウム



4

5  $C_{22}H_{34}INO_2$  : 471.42

6 1-(2-Cyclohexyl-2-phenyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-1-

7 methylpiperidinium iodide

8 [6577-41-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、オキサピウムヨウ化  
10 物( $C_{22}H_{34}INO_2$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール(95)に  
13 やや溶けやすく、水、無水酢酸又は酢酸(100)に溶けにくく、  
14 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

### 16 確認試験

17 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
18 ペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参  
19 照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
20 のところに同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本品0.1gをメタノール10mLに溶かし、希硝酸2mL及  
22 び硝酸銀試液2mLを加えるとき、帯緑黄色の沈殿を生じる。

23 融点(2.60) 198~203°C

### 24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
27 下)。

28 (2) 類縁物質 本品0.05gを水/アセトニトリル混液(1:  
29 1)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
30 量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mL  
31 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつを  
32 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
33 より試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積  
34 分法により測定するとき、試料溶液のオキサピウム以外のピ  
35 ークの合計面積は、標準溶液のオキサピウムのピーク面積よ  
36 り大きくない。

### 37 操作条件

38 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

39 カラム: 内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に5  
40 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
41 化シリカゲルを充てんする。

42 カラム温度: 20~30°Cの一定温度

43 移動相: 酢酸(100)57mL及びトリエチルアミン139mL  
44 に水を加えて1000mLとする。この液50mLにアセト  
45 ニトリル500mL、希酢酸10mL及び水440mLを加え  
46 る。

47 流量: オキサピウムの保持時間が約4分になるように調  
48 整する。

49 カラムの選定: 本品0.05g及びベンゾフェノン3mgを移  
50 動相100mLに溶かす。この液20μLにつき、上記の条  
51 件で操作するとき、オキサピウム、ベンゾフェノンの  
52 順に溶出し、その分離度が5以上のものを用いる。

53 検出感度: 標準溶液50μLから得たオキサピウムのピー  
54 ク高さがフルスケールの5~15%になるように調整す  
55 る。

56 面積測定範囲: ヨウ化物イオンのピークの後からオキサ  
57 ピウムの保持時間の約6倍の範囲

58 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

59 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、無水酢酸/  
61 酢酸(100)混液(9:1)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
62 定(2.50)する(電位差滴定法、白金電極)。同様の方法で空試  
63 験を行い、補正する。

64 0.1mol/L過塩素酸1mL=47.14mg  $C_{22}H_{34}INO_2$

### 65 貯法

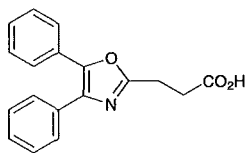
66 保存条件 遮光して保存する。

67 容器 気密容器。

1 オキサプロジン

1 オキサプロジン

2 Oxaprozin



3

4  $C_{18}H_{15}NO_3$  : 293.32

5 3-(4,5-Diphenyloxazol-2-yl)propanoic acid

6 [21256-18-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、オキサプロジン

8 ( $C_{18}H_{15}NO_3$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

10 本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく、

11 ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 本品は光によって徐々に変化する。

13 確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25)

14 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトル

15 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル

16 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

17 吸光度 (2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$  (285nm) : 455~495(乾燥後, 10mg, メ

18 タノール, 1000mL).

19 融点 (2.60) 161~165°C

20 純度試験

21 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、

22 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

23 下)。

24 (2) ヒ素 (1.11) 本品2.0gをとり、第3法により検液を調

25 製し、試験を行う(1ppm以下)。

26 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、

27 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを

28 加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液

29 (1)5mL, 3mL及び1mLをそれぞれ正確に量り、メタノール

30 を加えて正確に10mLとし、それぞれ標準溶液(2), (3)及び

31 (4)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

32 (2.03) により試験を行う。試料溶液並びに標準溶液(1), (2),

33 (3)及び(4)10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル

34 (蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に

35 酢酸エチル/酢酸(100)混液(99:1)を展開溶媒として約

36 15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長

37 254nm)を照射し、試料溶液から得た主スポット以外のスポ

38 ットの量を標準溶液(1), (2), (3)及び(4)より得たそれぞれの

39 スポットと比較して求めるとき、主スポット以外に検出され

40 るものの総和は1.0%以下である。

41 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105°C, 2時間)。

42 強熱残分 (2.44) 0.3%以下(1g)。

43 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール

44 (95)50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定

45 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補

46 正する。

47 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=29.33mg  $C_{18}H_{15}NO_3$

48 貯法

49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 気密容器。

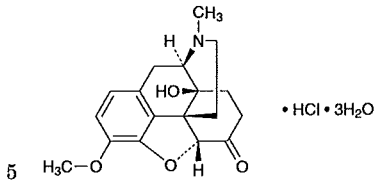
1 オキシコドン塩酸塩水和物

1 オキシコドン塩酸塩水和物

2 Oxycodone Hydrochloride Hydrate

3 塩酸オキシコドン

4 オキシコドン塩酸塩



6 C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl · 3H<sub>2</sub>O : 405.87

7 (5*R*)-4,5-Epoxy-14-hydroxy-3-methoxy-17-

8 methylmorphinan-6-one monohydrochloride trihydrate

9 [124-90-3, 無水物]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、オキシコド  
11 ン塩酸塩(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl : 351.82)98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタ  
14 ノール(95)にやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、ジエ  
15 チルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.8～5.8である。

17 本品は光によって変化する。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
22 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

27 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
28 呈する。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -140～-149°(脱水物に換算したも  
30 の0.5g, 水, 25mL, 100mm)。

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
33 明である。

34 (2) モルヒネ 本品10mgを水1mLに溶かし、1-ニトロ  
35 ソー2-ナフトール試液5mL及び硝酸カリウム溶液(1→  
36 10)2mLを加え、40℃で2分間加温する。次に亜硝酸ナトリ  
37 ウム溶液(1→5000)1mLを加え、40℃で5分間加温し、冷後、  
38 クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、水  
39 層を分取するとき、液の色は微紅色より濃くない。

40 (3) コデイン 本品10mgを硫酸5mLに溶かし、塩化鉄  
41 (III)試液1滴を加えて加温するとき、液は青色を呈しない。  
42 また、硝酸を1滴加えるとき、液は赤色を呈しない。

43 (4) テバイン 本品0.10gを薄めた塩酸(1→10)2mLに溶か  
44 し、水浴中で25分間加熱し、冷後、塩酸4-アミノアンチピ  
45 リン試液0.5mL及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液(1→  
46 100)0.5mLを加えて振り混ぜ、次にアンモニア試液2mL及

47 びクロロホルム3mLを加えて振り混ぜるとき、クロロホル  
48 ム層は赤色を呈しない。

49 水分(2.48) 12～15%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

51 定量法 本品約0.5gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液  
52 (7 : 3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
53 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

54 0.1mol/L過塩素酸1mL = 35.18mg C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl

55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

# 1 複方オキシコドン注射液

## 1 複方オキシコドン注射液

2 Compound Oxycodone Injection

3 複方ヒドロコドン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、オキシコドン塩酸塩水和物  
6 ( $C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ : 405.87)0.74~0.86w/v%及びヒ  
7 ドロコタルニン塩酸塩水和物( $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$ ;  
8 275.73)0.18~0.22w/v%を含む。

9 製法

オキシコドン塩酸塩水和物	8g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

10 以上をとり、注射剤の製法により製する。

11 性状 本品は無色~微黄色澄明の液である。

12 本品は光によって変化する。

13 pH: 2.5~4.0

14 確認試験

15 (1) 本品1mLに2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタ  
16 ノール試液1mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる(オキシ  
17 コドン)。

18 (2) 本品1mLを水浴上で蒸発し、残留物を硫酸2mLに溶  
19 かすとき、液は黄色を呈し、加熱するとき、赤色に変わり、  
20 次に濃だいたい赤色に変わる(ヒドロコタルニン)。

21 (3) 本品1mLを水浴上で蒸発し、残留物を硫酸3mLに溶  
22 かし、タンニン酸のエタノール(95)溶液(1→20)2滴を加えて  
23 放置するとき、液は濃緑色を呈する(ヒドロコタルニン)。

24 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

25 定量法 本品2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加  
26 え、試料溶液とする。別に定量用塩酸オキシコドン約0.4g及  
27 び105°Cで3時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約  
28 0.1gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この  
29 液2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、標準  
30 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件  
31 で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、試料  
32 溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒ  
33 ドロコタルニンのピーク面積の比 $Q_{Ta}$ 及び $Q_{Tb}$ 並びに標準溶  
34 液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒド  
35 ロコタルニンのピーク面積の比 $Q_{Sa}$ 及び $Q_{Sb}$ を求める。

36 オキシコドン塩酸塩水和物( $C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$ )の量  
37 (mg)

$$38 = M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1.154 \times 1/25$$

39 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物( $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$ )の  
40 量(mg)

$$41 = M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1.070 \times 1/25$$

42  $M_{Sa}$ : 脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量  
43 (mg)

44  $M_{Sb}$ : 定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量(mg)

45 内標準溶液 フェナセチン0.02gをエタノール(95)10mLに  
46 溶かし、水を加えて100mLとする。

47 操作条件

48 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285nm)

49 カラム: 内径約4mm, 長さ約15cmのステンレス管に

50 5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

51 ル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする。

52 カラム温度: 25°C付近の一定温度

53 移動相: 0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液500mL

54 に0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えて

55 pH8.0に調整する。この液300mLにアセトニトリル

56 200mLを加えて混和する。

57 流量: オキシコドンの保持時間が約8分になるように調

58 整する。

59 カラムの選定: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操

60 作するとき、内標準物質、オキシコドン、ヒドロコタ

61 ルニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離

62 するものを用いる。

63 貯法

64 保存条件 遮光して保存する。

65 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 複方オキシコドン・アトロピン注射液

1 複方オキシコドン・アトロピン注射液

2 Compound Oxycodone and Atropine Injection

3 ヒコアト注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、オキシコドン塩酸塩水和物  
6 (C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O : 405.87)0.74~0.86w/v%、ヒド  
7 ロコタルニン塩酸塩水和物(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・H<sub>2</sub>O :  
8 275.73)0.18~0.22w/v%及びアトロピン硫酸塩水和物  
9 [(C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>O : 694.83]0.027~0.033w/v%  
10 を含む。

11 製法

オキシコドン塩酸塩水和物	8g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

12 以上をとり、注射剤の製法により製する。

13 性状 本品は無色~微黄色澄明の液である。

14 本品は光によって変化する。

15 pH : 2.5~4.0

16 確認試験

17 (1) 本品1mLに2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタ  
18 ノール試液1mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる(オキシ  
19 コドン)。

20 (2) 本品1mLを水浴上で蒸発し、残留物を硫酸2mLに溶  
21 かすとき、液は黄色を呈し、加熱するとき、赤色に変わり、  
22 次に濃だいたい赤色に変わる(ヒドロコタルニン)。

23 (3) 本品1mLを水浴上で蒸発し、残留物を硫酸3mLに溶  
24 かし、タンニン酸のエタノール(95)溶液(1→20)2滴を加えて  
25 放置するとき、液は濃緑色を呈する(ヒドロコタルニン)。

26 (4) 本品1mLに2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタ  
27 ノール試液0.5mLを加え、1時間放置した後、遠心分離する。  
28 上澄液をとり、アセトンを沈殿が生じなくなるまで加え、  
29 20分間放置した後、再び遠心分離する。上澄液に液が淡紫  
30 色を呈するまで水酸化カリウム試液を加え、ジクロロメタン  
31 5mLを加えて振り混ぜた後、ジクロロメタン液を分取し、  
32 この液0.5mLを水浴上で蒸発乾固する。残留物に発煙硝酸5  
33 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、N,N-ジメチルホル  
34 ムアミド1mLを加えて溶かし、テトラエチルアンモニウム  
35 ヒドロキシド試液6滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する(ア  
36 トロピン)。

37 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

38 定量法

39 (1) オキシコドン塩酸塩水和物及びヒドロコタルニン塩酸  
40 塩水和物 本品2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確  
41 に加え、試料溶液とする。別に定量用塩酸オキシコドン約  
42 0.4g及び105℃で3時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニ  
43 ン約0.1gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。  
44 この液2mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、  
45 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の  
46 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、  
47 試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及

48 びヒドロコタルニンのピーク面積の比  $Q_{Ta}$ 及び  $Q_{Tb}$ 並びに標  
49 準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及び  
50 ヒドロコタルニンのピーク面積の比  $Q_{Sa}$ 及び  $Q_{Sb}$ を求める。

51 オキシコドン塩酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)の量  
52 (mg)

$$53 = M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1.154 \times 1 / 25$$

54 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・H<sub>2</sub>O)の  
55 量(mg)

$$56 = M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1.070 \times 1 / 25$$

57  $M_{Sa}$  : 脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量  
58 (mg)

59  $M_{Sb}$  : 定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量(mg)

60 内標準溶液 フェナセチン0.02gをエタノール(95)10mLに  
61 溶かし、水を加えて100mLとする。

62 操作条件

63 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 285nm)

64 カラム : 内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に  
65 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
66 ル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする。

67 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

68 移動相 : 0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液500mL  
69 に0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えて  
70 pH8.0に調整する。この液300mLにアセトニトリル  
71 200mLを加えて混和する。

72 流量 : オキシコドンの保持時間が約8分になるように調  
73 整する。

74 カラムの選定 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で操  
75 作するとき、内標準物質、オキシコドン、ヒドロコタ  
76 ルニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離  
77 するものを用いる。

78 (2) アトロピン硫酸塩水和物 本品2mLを正確に量り、  
79 内標準溶液2mLを正確に加え、更に薄めた希塩酸(1→  
80 10)10mL及びアンモニア試液2mLを加え、直ちにジクロロ  
81 メタン20mLを加え、激しく振り混ぜた後、ジクロロメタン  
82 層を無水硫酸ナトリウム5gをのせたる紙を用いてろ過し、  
83 ろ液を減圧で蒸発乾固する。残留物に1,2-ジクロロエタン  
84 0.5mL及びピストリメチルシリルアセトアミド0.5mLを加え、  
85 密栓して60℃の水浴中で15分間加温し、試料溶液とする。  
86 別にアトロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和  
87 物」と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく)約  
88 30mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
89 の液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加える。  
90 以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料  
91 溶液及び標準溶液2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラ  
92 フィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク面積  
93 に対するアトロピンのピーク面積の比  $Q_{Ta}$ 及び  $Q_{Ts}$ を求める。

94 アトロピン硫酸塩水和物[(C<sub>17</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>O]の量  
95 (mg)

$$96 = M_{Ts} \times Q_{Ta} / Q_{Ts} \times 1 / 50 \times 1.027$$

97  $M_{Ts}$  : 乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量  
98 (mg)



## 2 複方オキシコドン・アトロピン注射液

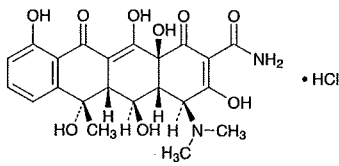
- 99 内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液(1→4000)
- 100 操作条件
- 101 検出器：水素炎イオン化検出器
- 102 カラム：内径約3mm，長さ約1.5mのガラス管に，ガス
- 103 クロマトグラフィー用50%フェニルメチルシリコ
- 104 ーンポリマーを180～250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー
- 105 用ケイソウ土に1～3%の割合で被覆したものを充
- 106 てんする。
- 107 カラム温度：210℃付近の一定温度
- 108 キャリヤーガス：窒素又はヘリウム。
- 109 流量：アトロピンの保持時間が約5分になるように調整
- 110 する。
- 111 カラムの選定：標準溶液2 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作
- 112 するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，そ
- 113 の分離度が3以上のものを用いる。
- 114 貯法
- 115 保存条件 遮光して保存する。
- 116 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 オキシテトラサイクリン塩酸塩

1 オキシテトラサイクリン塩酸塩

2 Oxytetracycline Hydrochloride

3 塩酸オキシテトラサイクリン



4

5  $C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$  : 496.89

6 (4S,4aR,5S,5aR,6S,12aS)-4-Dimethylamino-

7 3,5,6,10,12a-hexahydroxy-6-methyl-1,11-

8 dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydro-tetracene-2-

9 carboxamide monohydrochloride

10 [2058-46-0]

11 本品は、*Streptomyces rimosus*の培養によって得られる  
12 抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩であ  
13 る。

14 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり880～  
15 945 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、オキシテトラ  
16 サイクリン( $C_{22}H_{24}N_2O_9$  : 460.43)としての量を質量(力価)で  
17 示す。

18 性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

19 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

20 確認試験

21 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫  
22 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
23 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はオキシテトラ  
24 サイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたス  
25 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のと  
26 ころに同様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品20mgを水3mLに溶かし、硝酸銀試液1滴を加え  
28 るとき、液は白濁する。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -188～-200°(乾燥物に換算したも  
30 の0.25g, 0.1mol/L塩酸, 25mL, 100mm)。

31 純度試験

32 (1) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以  
34 下)。

35 (2) 類縁物質 本品20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし  
36 て正確に25mLとし、試料溶液とする。別に4-エピオキシ  
37 テトラサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正  
38 確に25mLとし、4-エピオキシテトラサイクリン原液とする。  
39 また、塩酸テトラサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試  
40 液に溶かして正確に25mLとし、塩酸テトラサイクリン原液  
41 とする。更に $\beta$ -アポオキシテトラサイクリン8mgを  
42 0.01mol/L水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし、0.01mol/L  
43 塩酸試液を加えて正確に100mLとし、 $\beta$ -アポオキシテ  
44 ラサイクリン原液とする。4-エピオキシテトラサイクリン  
45 原液1mL、塩酸テトラサイクリン原液4mL及び $\beta$ -アポ  
46 キシテトラサイクリン原液40mLをそれぞれ正確に量り、  
47 0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし、標準溶液と

48 する。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の  
49 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
50 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
51 るとき、試料溶液の4-エピオキシテトラサイクリン及びテ  
52 ラサイクリンのピーク面積は、標準溶液のそれぞれのピー  
53 ク面積より大きくなく、試料溶液のオキシテトラサイクリン  
54 に対する相対保持時間が約2.1の $\alpha$ -アポオキシテトラサイ  
55 クリンのピーク及び $\beta$ -アポオキシテトラサイクリンのピー  
56 ク並びにその間にあるピークの合計面積は、標準溶液の $\beta$ -  
57 アポオキシテトラサイクリンのピーク面積より大きくない。  
58 また、試料溶液の主ピークの後に溶出する2-アセチル-2  
59 -デカルボキサミドオキシテトラサイクリンのピーク面積は、  
60 標準溶液の4-エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の  
61 4倍より大きくない。

62 試験条件

63 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

64 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に8 $\mu$ m  
65 の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベン  
66 ゼン共重合体を充てんする。

67 カラム温度：60℃付近の一定温度

68 移動相A：0.33mol/Lリン酸二水素カリウム試液60mL、  
69 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1→  
70 100)100mL、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナト  
71 リウム二水和物溶液(1→2500)10mL及び水200mLを  
72 混和し、2mol/L水酸化ナトリウム試液でpH7.5に調  
73 整する。更に $t$ -ブチルアルコール30gを加え、水を  
74 加えて1000mLとする。

75 移動相B：0.33mol/Lリン酸二水素カリウム試液60mL、  
76 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1→  
77 100)50mL、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナト  
78 リウム二水和物溶液(1→2500)10mL及び水200mLを混  
79 和し、2mol/L水酸化ナトリウム試液でpH7.5に調整  
80 する。更に $t$ -ブチルアルコール100gを加え、水を加  
81 えて1000mLとする。

82 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
83 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～20	70→10	30→90
20～35	10→20	90→80

84 流量：毎分1.0mL

85 面積測定範囲：溶媒のピークの後からオキシテトラサイ  
86 クリンの保持時間の約3.5倍の範囲

87 システム適合性

88 検出の確認：4-エピオキシテトラサイクリン原液1mL  
89 を正確に量り、0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に  
90 200mLとする。この液4mLを正確に量り、0.01mol/L  
91 塩酸試液を加えて正確に20mLとする。この液20 $\mu$ L  
92 から得た4-エピオキシテトラサイクリンのピーク面  
93 積が、標準溶液の4-エピオキシテトラサイクリンの  
94 ピーク面積の14～26%になることを確認する。

95 システムの性能： $\alpha$ -アポオキシテトラサイクリン  
96 8mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし、

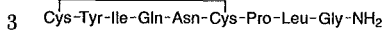
## 2 オキシテトラサイクリン塩酸塩

97	0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし、 $\alpha$ -アポオ	149	操作するとき、オキシテトラサイクリンのピークの理
98	キシテトラサイクリン原液とする。試料溶液3mL、4	150	論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ1000段以
99	ーエピオキシテトラサイクリン原液2mL、塩酸テト	151	上、2.0以下である。
100	ラサイクリン原液6mL、 $\beta$ -アポオキシテトラサイ	152	システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
101	クリン原液6mL及び $\alpha$ -アポオキシテトラサイクリ	153	で試験を6回繰り返すとき、オキシテトラサイクリン
102	ン原液6mLをとり、0.01mol/L塩酸試液を加えて	154	のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
103	50mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操	155	貯法
104	作するとき、4-エピオキシテトラサイクリン、オキ	156	保存条件 遮光して保存する。
105	シテトラサイクリン、テトラサイクリン、 $\alpha$ -アポ	157	容器 気密容器。
106	オキシテトラサイクリン、 $\beta$ -アポオキシテトラサイ		
107	クリンの順に溶出し、4-エピオキシテトラサイクリ		
108	ンとオキシテトラサイクリン、オキシテトラサイクリ		
109	ンとテトラサイクリン及び $\alpha$ -アポオキシテトラサイ		
110	クリンと $\beta$ -アポオキシテトラサイクリンの分離度		
111	は、それぞれ4以上、5以上及び4以上であり、オキシ		
112	テトラサイクリンのピークのシンメトリー係数は1.3		
113	以下である。		
114	システムの再現性：4-エピオキシテトラサイクリン原		
115	液1mLを正確に量り、0.01mol/L塩酸試液を加えて正		
116	確に200mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件		
117	で試験を6回繰り返すとき、4-エピオキシテトラサ		
118	イクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で		
119	ある。		
120	乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(1g, 減圧, 60°C, 3時間)。		
121	強熱残分 (2.44) 0.5%以下(1g)。		
122	定量法 本品及びオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品約		
123	50mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれを薄めた		
124	塩酸(1→100)に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLず		
125	つを正確に量り、それぞれに薄めたメタノール(3→20)を加		
126	えて正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料		
127	溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体		
128	クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの		
129	液のオキシテトラサイクリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定		
130	する。		
131	オキシテトラサイクリン(C <sub>22</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O <sub>9</sub> )の量[ $\mu$ g(力価)]		
132	$=M_S \times A_T / A_S \times 1000$		
133	$M_S$ ：オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量		
134	[mg(力価)]		
135	試験条件		
136	検出器：紫外吸光度計(測定波長：263nm)		
137	カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m		
138	の液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカ		
139	ゲルを充てんする。		
140	カラム温度：30°C付近の一定温度		
141	移動相：リン酸二水素カリウム3.402g及びエチレンジ		
142	アミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物9.306gを		
143	水700mLに溶かし、メタノール300mLを加えた後、		
144	希塩酸を加えてpH4.5に調整する。		
145	流量：オキシテトラサイクリンの保持時間が約7分にな		
146	るように調整する。		
147	システム適合性		
148	システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で		

1 オキシトシン

1 オキシトシン

2 Oxytocin



4  $\text{C}_{43}\text{H}_{66}\text{N}_{12}\text{O}_{12}\text{S}_2$  : 1007.19

5 [50-56-6]

6 本品は合成された子宮収縮成分の作用を持つペプチドであ  
7 る。

8 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱酢酸物1mg当た  
9 り540~600オキシトシン単位を含む。

10 性状 本品は白色の粉末である。

11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けや  
12 すい。

13 本品は塩酸試液に溶ける。

14 本品0.10gを新たに煮沸し冷却した水10mLに溶かした液  
15 のpHは4.0~6.0である。

16 本品は吸湿性である。

17 確認試験 本品の水溶液(1→2000)につき、紫外可視吸光度測  
18 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
19 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
20 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

21 構成アミノ酸 本品約1mgを加水分解用試験管にとり、  
22 6mol/L塩酸試液を加えて溶かし、窒素置換後、減圧下密封  
23 し、110~115°Cで16時間加熱する。冷後、開封し、加水分  
24 解液を減圧で蒸発乾固し、残留物を0.02mol/L塩酸試液2mL  
25 に溶かし、試料溶液とする。別にL-アスパラギン酸約  
26 27mg、L-トレオニン約24mg、L-セリン約21mg、L-グ  
27 ルタミン酸約29mg、L-プロリン約23mg、グリシン約  
28 15mg、L-アラニン約18mg、L-バリン約23mg、L-シス  
29 チン約48mg、メチオニン約30mg、L-イソロイシン約  
30 26mg、L-ロイシン約26mg、L-チロジン約36mg、フェニ  
31 ルアラニン約33mg、塩酸L-リジン約37mg、L-ヒスチジ  
32 ン塩酸塩一水和物約42mg及び塩酸L-アルギニン約42mgを  
33 それぞれ精密に量り、1mol/L塩酸試液10mLに溶かし、水を  
34 加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水  
35 を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
36 標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
37 グラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの構成する  
38 アミノ酸のロイシンに対するモル比を求めるとき、アスパラ  
39 ギン酸は0.95~1.05、グルタミン酸は0.95~1.05、プロリン  
40 は0.95~1.05、グリシンは0.95~1.05、イソロイシンは0.80  
41 ~1.10、チロジンは0.80~1.05及びシスチンは0.80~1.05で、  
42 他のアミノ酸は、それぞれ0.01以下である。

43 試験条件

44 検出器：可視吸光度計(測定波長：440nm及び  
45 570nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ8cmのステンレス管に3μm  
47 のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマ  
48 トグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(ナトリウム型)  
49 を充てんする。

50 カラム温度：57°C付近の一定温度

51 化学反応槽温度：130°C付近の一定温度

52 発色時間：約1分

53 移動相：移動相A、移動相B及び移動相Cを次のように  
54 調製する。

	移動相A	移動相B	移動相C
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	6.10g
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	26.67g
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	54.35g
エタノール(99.5)	260.0mL	20.0mL	—
ベンジルアルコール	—	—	5.0mL
チオジグリコール	5.0mL	5.0mL	—
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4.0mL	4.0mL	4.0mL
カプリル酸	0.1mL	0.1mL	0.1mL
水	適量	適量	適量
全量	2000mL	1000mL	1000mL
pH	3.3	3.2	4.9

55 移動相の送液：移動相A、移動相B及び移動相Cの混合  
56 比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)	移動相C(vol%)
0~ 9	100	0	0
9~ 25	0	100	0
25~ 61	0	100 → 0	0 → 100
61~ 80	0	0	100

57 反応試液：酢酸リチウム二水和物407g、酢酸  
58 (100)245mL及び1-メトキシ-2-プロパノール  
59 801mLを混和した後、水を加えて2000mLとし、窒  
60 素を10分間以上通じながらかき混ぜ、A液とする。別  
61 に、1-メトキシ-2-プロパノール1957mLに、ニン  
62 ヒドリン77g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134gを加  
63 え、窒素を30分間以上通じながらかき混ぜ、B液とす  
64 る。A液及びB液を用時混和する。

65 移動相流量：毎分約0.26mL

66 反応試薬流量：毎分約0.3mL

67 システム適合性

68 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
69 操作するとき、アスパラギン酸、トレオニン、セリン、  
70 グルタミン酸、プロリン、グリシン、アラニン、バリン、  
71 シスチン、メチオニン、イソロイシン、ロイシン、  
72 チロジン、フェニルアラニン、リジン、ヒスチジン、  
73 アルギニンの順に溶出し、トレオニンとセリン、グリ  
74 シンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度  
75 はそれぞれ1.5、1.4及び1.2以上である。

76 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
77 で試験を3回繰り返すとき、アスパラギン酸、プロリ  
78 ン、バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準  
79 偏差はそれぞれ2.0%以下である。

80 純度試験

81 (1) 酢酸 本品約15mgを精密に量り、内標準溶液に溶か  
82 し、正確に10mLとし、試料溶液とする。別に酢酸(100)約  
83 1gを精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に100mLとす  
84 る。この液2mLを正確に量り、内標準溶液を加えて正確に  
85 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
86 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により

2 オキシトシン

87 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク  
88 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求めるとき、酢酸の量は6.0~10.0%で  
89 ある。

90 酢酸( $C_2H_4O_2$ )の量(%)=  $M_S/M_T \times Q_T/Q_S \times 1/10$

91  $M_S$ : 酢酸(100)の秤取量(mg)

92  $M_T$ : 本品の秤取量(mg)

93 内標準溶液 プロピオン酸の移動相溶液(1→10000)

94 試験条件

95 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

96 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
97 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
98 リカゲルを充てんする。

99 カラム温度: 40°C付近の一定温度

100 移動相: リン酸0.7mLに水900mLを加え、8mol/L水酸  
101 化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整した後、水  
102 を加えて1000mLとした液950mLにメタノール50mLを  
103 加える。

104 流量: 酢酸の保持時間が約3分になるように調整する。

105 システム適合性

106 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
107 操作するとき、酢酸、プロピオン酸の順に溶出し、そ  
108 の分離度は14以上である。

109 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
110 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
111 に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は  
112 2.0%以下である。

113 (2) 類縁物質 本品25mgを移動相A 100mLに溶かし、試  
114 料溶液とする。試料溶液50 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロ  
115 マトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の各々  
116 のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によ  
117 りそれらのピーク面積を求めるとき、オキシトシン以外のそ  
118 れぞれのピークの量は1.5%以下である。また、オキシトシ  
119 ン以外のピークの合計量は5.0%以下である。

120 試験条件

121 検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 移動相の送液及  
122 び流量は定量法の試験条件を準用する。

123 面積測定範囲: オキシトシンの保持時間の約2.5倍の範  
124 囲

125 システム適合性

126 検出の確認: 試料溶液1mLを正確に量り、移動相Aを加  
127 えて正確に100mLとし、システム適合性試験用溶液  
128 とする。システム適合性試験用溶液1mLを正確に量  
129 り、移動相Aを加えて正確に10mLとする。この液  
130 50 $\mu$ Lから得たオキシトシンのピーク面積が、システ  
131 ム適合性試験用溶液のオキシトシンのピーク面積の5  
132 ~15%になることを確認する。

133 システムの性能: 本品及びバソプレシンを適量とり、移  
134 動相Aを加えて1mL中にそれぞれ0.1mgを含む液を調  
135 製する。この液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作する  
136 とき、バソプレシン、オキシトシンの順に溶出し、そ  
137 の分離度は14以上であり、オキシトシンのピークの  
138 シンメトリー係数は1.5以下である。

139 システムの再現性: システム適合性試験用溶液50 $\mu$ Lに  
140 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキシ  
141 トシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ  
142 る。

143 水分(2.48) 5.0%以下(50mg, 電量滴定法)。

144 定量法 本品約13000単位に対応する量を精密に量り、移動相  
145 Aを加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別にオキシ  
146 トシン標準品1バイアルを移動相Aに溶かし、1mL中に約  
147 130単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し、標準溶液とす  
148 る。試料溶液及び標準溶液25 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条  
149 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、そ  
150 れぞれの液のオキシトシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定す  
151 る。

152 本品の脱水及び脱酢酸物1mg中の単位数

153  $= M_S/M_T \times A_T/A_S \times 100$

154  $M_S$ : 標準溶液1mL中の単位数

155  $M_T$ : 脱水及び脱酢酸物に換算した本品の秤取量(mg)

156 試験条件

157 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220nm)

158 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
159 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
160 リカゲルを充てんする。

161 カラム温度: 25°C付近の一定温度

162 移動相A: リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6gを水  
163 1000mLに溶かす。

164 移動相B: 水/アセトニトリル混液(1:1)

165 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
166 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 30	70 → 40	30 → 60
30 ~ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ~ 45	70	30

167 流量: 毎分1.0mL

168 システム適合性

169 システムの性能: 本品及びバソプレシンを適量とり、移  
170 動相Aを加えて1mL中にそれぞれ0.1mgを含む液を調  
171 製する。この液25 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作する  
172 とき、バソプレシン、オキシトシンの順に溶出し、そ  
173 の分離度は14以上であり、オキシトシンのピークの  
174 シンメトリー係数は1.5以下である。

175 システムの再現性: 標準溶液25 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
176 で試験を6回繰り返すとき、オキシトシンのピーク面  
177 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

178 貯法

179 保存条件 2~8°Cで保存する。

180 容器 気密容器。

# 1 オキシトシン注射液

## 1 オキシトシン注射液

### 2 Oxytocin Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示されたオキシトシン単位の90.0  
5 ~110.0%を含む。

6 製法 本品は「オキシトシン」をとり、注射剤の製法により製  
7 する。

8 性状 本品は無色澄明の液である。

9 pH (2.54) 2.5~4.5

10 エンドトキシシン (4.01) 10EU/単位未満。

11 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

12 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

13 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

14 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
15 適合する。

16 定量法 本品の表示単位に従い、その適量を正確に量り、希釈  
17 液を加えて1mL中に約1単位を含む溶液を調製し、試料溶液  
18 とする。別にオキシトシン標準品1バイアルを移動相Aに溶  
19 かし、正確に20mLとする。この液の適量を正確に量り、希  
20 釈液を加えて1mL中に約1単位を含む濃度の明らかな溶液を  
21 調製し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 $\mu$ Lずつ  
22 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
23 により試験を行い、それぞれの液のオキシトシンのピーク面  
24 積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

25 本品1mL中の単位数 =  $M_S \times A_T / A_S \times b / a$

26  $M_S$ : 標準溶液1mL中の単位数

27  $a$ : 本品の秤取量(mL)

28  $b$ : 希釈液を加えて試料溶液を調製したときの全容量(mL)

29 希釈液: クロロブタノール5g, 酢酸ナトリウム三水和物  
30 1.1g, 酢酸(100)5g及びエタノール(99.5)6mLを水に溶  
31 かし、1000mLとする。

### 32 試験条件

33 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220nm)

34 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
35 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
36 リカゲルを充てんする。

37 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

38 移動相A: リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6gを水  
39 1000mLに溶かす。

40 移動相B: 水/アセトニトリル混液(1: 1)

41 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
42 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 30	70 → 40	30 → 60
30 ~ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ~ 45	70	30

43 流量: 毎分1.0mL

44 システム適合性

45 システムの性能: オキシトシン及びバソプレシンを適量  
46 とり、移動相Aを加えて1mL中にそれぞれ0.02mgを

47 含む液を調整する。この液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
48 で操作するとき、バソプレシン、オキシトシンの順に  
49 溶出し、その分離度は14以上であり、オキシトシン  
50 のピークのシンメトリー係数は1.5以下である。

51 システムの再現性: 標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
52 で試験を6回繰り返すとき、オキシトシンのピーク面  
53 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

### 54 貯法

55 保存条件 凍結を避け、冷所に保存する。

56 容器 密封容器。

## 1 オキシドール

### 1 オキシドール

#### 2 Oxydol

3 本品は定量するとき、過酸化水素( $\text{H}_2\text{O}_2$ : 34.01)2.5~  
4 3.5w/v%を含む。本品は適当な安定剤を含む。

5 性状 本品は無色澄明の液で、においはないか、又はオゾンよ  
6 うのにおいがある。

7 本品を放置するか、又は強く振り動かすとき、徐々に分解  
8 する。

9 本品は酸化剤又は還元剤と接触するとき、速やかに分解す  
10 る。

11 本品はアルカリ性にするとき、激しく泡だって分解する。

12 本品は光によって変化する。

13 pH: 3.0~5.0

14 比重  $d_{20}^{20}$ : 約1.01

15 確認試験 本品1mLは過酸化物の定性反応(1.09)を呈する。

#### 16 純度試験

17 (1) 酸 本品25.0mLにフェノールフタレイン試液2滴及  
18 び0.1mol/L水酸化ナトリウム液2.5mLを加えるとき、液の色  
19 は赤色である。

20 (2) 重金属(1.07) 本品5.0mLに水20mL及びアンモニア  
21 試液2mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸  
22 2mLを加え、加熱して溶かし、水を加えて50mLとする。こ  
23 れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.5mLに希酢  
24 酸2mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下)。

25 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0mLにアンモニア試液1mLを加  
26 え、水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、第1法により検液  
27 を調製し、試験を行う(2ppm以下)。

28 (4) 有機安定剤 本品100mLをとり、クロロホルム/ジ  
29 エチルエーテル混液(3:2)50mL、25mL及び25mLで抽出し、  
30 全抽出液を合わせ、質量既知の容器に入れ、水浴上で加熱し  
31 てジエチルエーテル及びクロロホルムを留去し、残留物をデ  
32 シケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥するとき、そ  
33 の量は50mg以下である。

34 (5) 蒸発残留物 本品20.0mLを水浴上で蒸発乾固し、残  
35 留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は20mg以下であ  
36 る。

37 定量法 本品1.0mLを正確に量り、水10mL及び希硫酸10mL  
38 を入れたフラスコに加え、0.02mol/L過マンガン酸カリウム  
39 液で滴定(2.50)する。

40 0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL=1.701mg  $\text{H}_2\text{O}_2$

#### 41 貯法

42 保存条件 遮光して、30℃以下で保存する。

43 容器 気密容器。

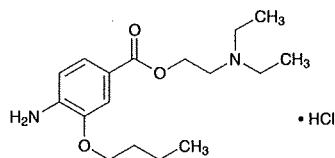
# 1 オキシブプロカイン塩酸塩

## 1 オキシブプロカイン塩酸塩

2 Oxybuprocaine Hydrochloride

3 塩酸オキシブプロカイン

4 塩酸ベノキシネート



6  $C_{17}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$  : 344.88

7 2-(Diethylamino)ethyl 4-amino-3-butoxybenzoate

8 monohydrochloride

9 [5987-82-6]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、オキシブプロカイン  
11 塩酸塩( $C_{17}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
13 味は塩辛く、舌を麻ひする。

14 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又はクロロ  
15 ホルムに溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0~6.0である。

17 本品は光によって徐々に着色する。

### 18 確認試験

19 (1) 本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした  
20 液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。

21 (2) 本品0.1gを水8mLに溶かし、チオシアン酸アンモニ  
22 ウム試液3mLを加えるとき、油状物を生じ、ガラス棒で器  
23 壁をこするとき、白色の結晶を析出する。これをろ取し、水  
24 から再結晶し、デシケーター(減圧、酸化リン(V))で5時間乾  
25 燥するとき、その融点(2.60)は103~106°Cである。

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

30 (4) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
31 する。

32 融点(2.60) 158~162°C

### 33 純度試験

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

36 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
38 下)。

39 (3) 類縁物質 本品0.25gをクロロホルム10mLに溶かし、  
40 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
41 を加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、ク  
42 ロロホルムを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。こ  
43 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
44 験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマト  
45 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
46 する。次にクロロホルム/エタノール(95)/ギ酸混液(7:  
47 2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す

48 る。これに噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液  
49 を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外の  
50 スポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、無水酢酸/  
54 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
55 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
56 補正する。

57 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.49mg  $C_{17}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$

### 58 貯法

59 保存条件 遮光して保存する。

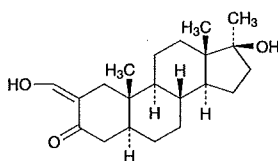
60 容器 密閉容器。



# 1 オキシメトロン

## 1 オキシメトロン

### 2 Oxymetholone



4  $C_{21}H_{32}O_3$  : 332.48

5 17β-Hydroxy-2-hydroxymethylene-17α-methyl-5α-

6 androstan-3-one

7 [434-07-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、オキシメトロン  
9 ( $C_{21}H_{32}O_3$ )97.0~103.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末ではない。

11 本品はクロロホルムに溶けやすく、1,4-ジオキサンにや  
12 や溶けやすく、メタノール、エタノール(95)又はアセトンに  
13 やや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほと  
14 んど溶けない。

15 本品は光によって徐々に着色し、分解する。

### 16 確認試験

17 (1) 本品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし、塩化鉄(III)  
18 試液1滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

19 (2) 本品0.01gをメタノールに溶かし、50mLとする。こ  
20 の液5mLをとり、水酸化ナトリウム・メタノール試液5mL  
21 及びメタノールを加えて50mLとする。この液につき、紫外  
22 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
23 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
24 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

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

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +34~+38°(乾燥後, 0.2g, 1,4-ジ  
31 オキサン, 10mL, 100mm)。

32 融点(2.60) 175~182°C

### 33 純度試験

34 (1) 溶状 本品0.5gを1,4-ジオキサン25mLに溶かすとき、  
35 液は無色~微黄色澄明である。

36 (2) 類縁物質 本品50mgをクロロホルム5mLに溶かし、  
37 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
38 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液  
39 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
40 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
41 用シリカゲルを用いて調製した薄層板に速やかにスポットす  
42 る。風乾後直ちにトルエン/エタノール(99.5)混液(49:1)を  
43 展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。こ  
44 れにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、100°Cで3~5分間  
45 加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポ  
46 ット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃く  
47 ない。

48 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
49 間)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

51 定量法 本品を乾燥し、その約40mgを精密に量り、メタノー  
52 ルに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、  
53 メタノールを加えて正確に50mLとする。更にこの液5mLを  
54 正確に量り、水酸化ナトリウム・メタノール試液5mL及び  
55 メタノールを加えて正確に50mLとする。この液につき、水  
56 酸化ナトリウム・メタノール試液5mLにメタノールを加え  
57 て50mLとした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
58 により試験を行い、波長315nm付近の吸収極大の波長にお  
59 ける吸光度Aを測定する。

60 オキシメトロン( $C_{21}H_{32}O_3$ )の量(mg)= $A/541 \times 50000$

### 61 貯法

62 保存条件 遮光して保存する。

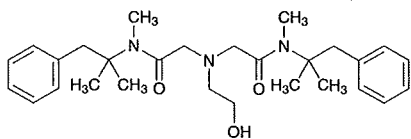
63 容器 気密容器。

1 オキセサゼイン

1 オキセサゼイン

2 Oxethazaine

3 オキセタカイン



4

5  $C_{28}H_{41}N_3O_3$  : 467.64

6 2,2'-(2-Hydroxyethylimino)bis[N-(1,1-dimethyl-2-phenylethyl)-N-methylacetamide]

8 [I26-27-2]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、オキセサゼイン  
10 ( $C_{28}H_{41}N_3O_3$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

12 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、メタノール又はエ  
13 タノール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けに  
14 くく、水にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→2500)につき、紫外可  
17 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
18 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
19 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
20 める。

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

25 融点(2.60) 101～104℃

26 純度試験

27 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gをとり、エタノール  
28 (95)20mLに溶かし、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとす  
29 る。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
30 0.30mL、エタノール(95)20mL、希硝酸6mL及び水を加え  
31 て50mLとする(0.011%以下)。

32 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。

35 (3) 類縁物質 本品0.40gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
36 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
37 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液  
38 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
39 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
40 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
41 トする。次にイソプロピルエーテル/テトラヒドロフラン/  
42 メタノール/アンモニア水(28)混液(24 : 10 : 5 : 1)を展開溶  
43 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫  
44 外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主ス  
45 ポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃  
46 くない。

47 (4) 2-アミノエタノール 本品1.0gをメタノールに溶か  
48 し、正確に10mLとする。この液に1-フルオロ-2,4-ジニ

49 トロベンゼンのメタノール溶液(1→25)0.1mLを加えて振り  
50 混ぜ、60℃で20分間加温するとき、液の色は次の比較液よ  
51 り濃くない。

52 比較液：2-アミノエタノール0.10gをメタノールに溶か  
53 し、正確に200mLとし、この液1mLを正確に量り、メ  
54 タノールを加えて正確に10mLとする。以下同様に操作  
55 する。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 60℃, 3時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.9gを精密に量り、酢酸  
59 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
60 (指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。同様の方法で  
61 空試験を行い、補正する。

62 0.1mol/L過塩素酸1mL=46.76mg  $C_{28}H_{41}N_3O_3$

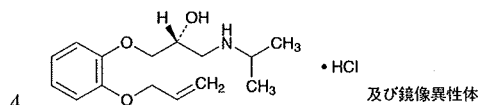
63 貯法 容器 気密容器。

1 オクスプレノロール塩酸塩

1 オクスプレノロール塩酸塩

2 Oxprenolol Hydrochloride

3 塩酸オクスプレノロール



5  $C_{15}H_{23}NO_3 \cdot HCl$  : 301.81

6 (2*RS*)-1-[2-(Allyloxy)phenoxy]-

7 3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

8 [6452-73-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、オクスプレノロール  
10 塩酸塩( $C_{15}H_{23}NO_3 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸  
13 (100)に溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエー  
14 テルにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→100)2mLに硫酸銅(II)試液1滴及び  
17 水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき、液は青紫色を呈  
18 する。この液にジエチルエーテル1mLを加え、よく振り混  
19 ぜて放置するとき、ジエチルエーテル層は赤紫色、水層は青  
20 紫色を呈する。

21 (2) 本品の水溶液(1→150)3mLにライネッケ塩試液3滴を  
22 加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

23 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
24 塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
25 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
26 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (4) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
28 する。

29 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～  
30 6.0である。

31 融点(2.60) 107～110°C

32 純度試験

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

35 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
37 下)。

38 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 (4) 類縁物質 本品0.25gを水10mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液4mLを正確に量り、水を加えて正確に  
42 100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確  
43 に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
44 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
45 び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
46 ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次  
47 に、あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用  
48 い、クロロホルム/メタノール混液(9:1)を展開溶媒として

49 約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
50 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以  
51 外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

52 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 80°C, 3時間)。

53 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、無水酢酸/  
55 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
56 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
57 補正する。

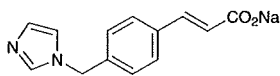
58 0.1mol/L過塩素酸1mL=30.18mg  $C_{15}H_{23}NO_3 \cdot HCl$

59 貯法 容器 気密容器。

1 オザグレルナトリウム

1 オザグレルナトリウム

2 Ozagrel Sodium



3  
4 C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>2</sub> : 250.23  
5 Monosodium(2E)-3-[4-(1H-imidazol-  
6 1-ylmethyl)phenyl]prop-2-enoate  
7 [189224-26-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、オザグレルナトリウ  
9 ム(C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>2</sub>)98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エ  
12 タノール(99.5)にほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度測  
15 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
16 トルと本品の参照スペクトル又はオザグレルナトリウム標準  
17 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するど  
18 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
19 収を認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
21 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
22 品の参照スペクトル又はオザグレルナトリウム標準品のスペ  
23 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のとこ  
24 ろに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応  
26 (1.09)を呈する。

27 pH(2.54) 本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは9.5~  
28 10.5である。

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
31 明である。

32 (2) 塩化物(1.03) 本品2.0gを水30mLに溶かし、酢酸  
33 (100)1mL及び水を加えて50mLとして振り混ぜ、30分間放  
34 置した後、ろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液  
35 25mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
36 れを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
37 0.35mLに酢酸(100)0.5mL、希硝酸6mL及び水を加えて  
38 50mLとする(0.012%以下)。

39 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
40 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
41 下)。

42 (4) 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし、試料  
43 溶液とする。試料溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマト  
44 グラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の各々のピー  
45 ク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれ  
46 れらの量を求めるとき、オザグレル以外のピークの量はそれ  
47 ぞれ0.2%以下である。また、これらのピークの合計量は  
48 0.5%以下である。

49 試験条件

50 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条  
51 件を準用する。

52 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からオザグレルの保持  
54 時間の約2倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
57 えて正確に200mLとし、システム適合性試験用溶液  
58 とする。システム適合性試験用溶液2mLを正確に量  
59 り、移動相を加えて正確に10mLとする。この液5μL  
60 から得たオザグレルのピーク面積が、システム適合性  
61 試験用溶液のオザグレルのピーク面積の15~25%に  
62 なることを確認する。

63 システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき、  
64 上記の条件で操作するとき、オザグレルのピークの理  
65 論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以  
66 上、2.0以下である。

67 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつ  
68 き、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オザグレ  
69 ルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

71 定量法 本品及びオザグレルナトリウム標準品を乾燥し、その  
72 約25mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、  
73 正確に25mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞ  
74 れに内標準溶液5mLずつを正確に加え、試料溶液及び標準  
75 溶液とする。試料溶液及び標準溶液1μLにつき、次の条件で  
76 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準  
77 物質のピーク面積に対するオザグレルのピーク面積の比Q<sub>T</sub>  
78 及びQ<sub>S</sub>を求める。

79 オザグレルナトリウム(C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>2</sub>)の量(mg)  
80 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

81 M<sub>S</sub>：オザグレルナトリウム標準品の秤取量(mg)

82 内標準溶液 安息香酸のメタノール溶液(1→100)

83 試験条件

84 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

85 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
86 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
87 リカゲルを充てんする。

88 カラム温度：25℃付近の一定温度

89 移動相：酢酸アンモニウム溶液(3→1000)/メタノール  
90 混液(4：1)

91 流量：オザグレルの保持時間が約10分になるように調  
92 整する。

93 システム適合性

94 システムの性能：標準溶液1μLにつき、上記の条件で操  
95 作するとき、内標準物質、オザグレルの順に溶出し、  
96 その分離度は2.0以上であり、オザグレルのピークの  
97 シンメトリー係数は2.0以下である。

98 システムの再現性：標準溶液1μLにつき、上記の条件で  
99 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
100 対するオザグレルのピーク面積の比の相対標準偏差は  
101 1.0%以下である。

## 2 オザグレルナトリウム

102 貯法

103 保存条件 遮光して保存する。

104 容器 気密容器。

1 注射用オザグレルナトリウム

1 注射用オザグレルナトリウム

2 Ozagrel Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

5 オザグレルナトリウム(C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>2</sub> : 250.23)を含む。

6 製法 本品は「オザグレルナトリウム」をとり、注射剤の製法  
7 により製する。

8 性状 本品は白色の塊又は粉末である。

9 確認試験 本品の表示量に従い「オザグレルナトリウム」  
10 40mgに対応する量を取り、水に溶かし、40mLとする。こ  
11 の液1mLをとり、水を加えて200mLとした液につき、紫外  
12 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定する  
13 とき、波長269～273nmに吸収の極大を示す。

14 pH 別に規定する。

15 純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「オザグレルナトリ  
16 ウム」0.20gに対応する量を取り、移動相に溶かし、100mL  
17 とする。この液5mLをとり、移動相を加えて20mLとした液  
18 を試料溶液とする。以下「オザグレルナトリウム」の純度試  
19 験(4)を準用する。

20 エンドトキシン(4.01) 3.7EU/mg未満。

21 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

22 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

23 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

24 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
25 適合する。

26 定量法 本品につき、オザグレルナトリウム(C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>2</sub>)  
27 約0.4gに対応する量の個数を取り、それぞれの内容物を水に  
28 溶かし、更に水を加えて正確に200mLとする。この液5mL  
29 を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、水5mLを加  
30 えて、試料溶液とする。別にオザグレルナトリウム標準品約  
31 25mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に25mLと  
32 する。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に  
33 加え、標準溶液とする。以下「オザグレルナトリウム」の定  
34 量法を準用する。

35 オザグレルナトリウム(C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$36 = M_S \times Q_T / Q_S \times 16$$

37 M<sub>S</sub> : オザグレルナトリウム標準品の秤取量(mg)

38 内標準溶液 安息香酸のメタノール溶液(1→100)

39 貯法 容器 密封容器。

1 乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン

**乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン**

Freeze-dried Live Attenuated Mumps Vaccine

本品は弱毒生ムンプスウイルスを含む乾燥製剤である。

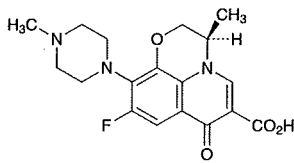
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生おたふくかぜワクチンの条に適合する。

**性状** 本品は溶剤を加えるとき、無色、帯黄色又は帯赤色の澄明な液剤となる。

1 オフロキサシン

1 オフロキサシン

2 Ofloxacin



及び鏡像異性体

4 C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>4</sub> : 361.37

5 (3*R*S)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-

6 1-yl)-7-oxo-2,3-dihydro-7*H*-pyrido[1,2,3-*de*]-

7 [1,4]benzooxazine-6-carboxylic acid

8 [82419-36-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、オフロキサシン  
10 (C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は帯微黄白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で  
12 ある。

13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水に溶けにくく、アセト  
14 ニトリル又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

15 本品の水酸化ナトリウム試液溶液(1→20)は旋光性を示さ  
16 ない。

17 本品は光によって変色する。

18 融点：約265℃(分解)。

19 確認試験

20 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→150000)につき、紫  
21 外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
23 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
24 認める。

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

29 純度試験

30 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本操作は光を避けて行う。本品10mgを水  
34 /アセトニトリル混液(6 : 1)50mLに溶かし、試料溶液とす  
35 る。この液1mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液  
36 (6 : 1)を加えて正確に20mLとする。更にこの液1mLを正確  
37 に量り、水/アセトニトリル混液(6 : 1)を加えて正確に  
38 10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
39 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
40 (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
41 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のオフロキサ  
42 シン以外のピークの各々のピーク面積は、標準溶液のオフロ  
43 キサシンのピーク面積の2/5倍より大きくない。また、そ  
44 れらのピークの合計面積は、標準溶液のピーク面積より大き  
45 くない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光度計(測定波長：294nm)

48 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
49 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
50 リカゲルを充てんする。

51 カラム温度：45℃付近の一定温度

52 移動相：過塩素酸ナトリウム7.0g及び酢酸アンモニウム  
53 4.0gを水1300mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.2に  
54 調整し、アセトニトリル240mLを加える。

55 流量：オフロキサシンの保持時間が約20分になるよう  
56 に調整する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からオフロキサシンの  
58 保持時間の約1.8倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、水/アセト  
61 ニトリル混液(6 : 1)を加えて正確に20mLとする。こ  
62 の液10μLから得たオフロキサシンのピーク面積が、  
63 標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の4~6%に  
64 なることを確認する。

65 システムの性能：試料溶液0.5mLをとり、オフロキサシ  
66 ン脱メチル体の水/アセトニトリル混液(6 : 1)溶液(1  
67 →20000)1mLを加え、更に水/アセトニトリル混液  
68 (6 : 1)を加え、100mLとする。この液10μLにつき、  
69 上記の条件で操作するとき、オフロキサシン脱メチル  
70 体、オフロキサシンの順に溶出し、その分離度は2.5  
71 以上である。

72 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、オフロキサシンのピーク  
74 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

75 乾燥減量 (2.41) 0.2%以下(1g, 105℃, 4時間)。

76 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

77 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
78 (100)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
79 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

80 0.1mol/L過塩素酸1mL=36.14mg C<sub>18</sub>H<sub>20</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

81 貯法

82 保存条件 遮光して保存する。

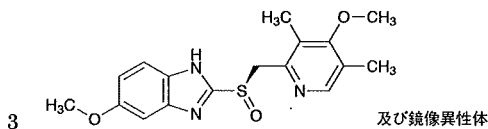
83 容器 気密容器。



# 1 オメプラゾール

## 1 オメプラゾール

### 2 Omeprazole



4 C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S : 345.42

5 (RS)-5-Methoxy-2-[[[4-methoxy-3,5-dimethylpyridin-

6 2-yl)methyl]sulfinyl]-1H-benzimidazole

7 [73590-58-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、オメプラゾール  
9 (C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品はN,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 本品のN,N-ジメチルホルムアミド溶液(1→25)は旋光性を示さない。

13 本品は光によって徐々に黄白色となる。

14 融点：約150°C(分解)。

### 17 確認試験

18 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→1000)1mLにpH7.4のリン酸塩緩衝液を加えて50mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

### 27 純度試験

28 (1) 溶状 本品0.5gをN,N-ジメチルホルムアミド25mLに溶かすとき、液は無色~淡黄色澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長420nmにおける吸光度は0.3以下である。

32 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

35 (3) 類縁物質 本操作は試料溶液調製後、速やかに行う。本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、オメプラゾール以外のピーク面積は0.1%以下であり、オメプラゾール以外のピークの合計面積は0.5%以下である。

### 試験条件

44 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

45 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

48 カラム温度：25°C付近の一定温度

49 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.83g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物0.21gを水に溶かし、1000mLとする。必要ならば薄めたリン酸(1→100)を加えてpH7.6に調整する。この液29容量にアセトニトリル11容量を加える。

54 流量：オメプラゾールの保持時間が約8分になるように調整する。

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からオメプラゾールの保持時間の約10倍の範囲

### システム適合性

59 検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に25mLとする。この液10μLから得たオメプラゾールのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のオメプラゾールのピーク面積の15~25%になることを確認する。

67 システムの性能：本品10mg及び1,2-ジニトロベンゼン25mgをホウ酸ナトリウム溶液(19→5000)5mL及びエタノール(99.5)95mLに溶かす。この液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、オメプラゾール、1,2-ジニトロベンゼンの順に溶出し、その分離度は10以上である。

73 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オメプラゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 乾燥減量(2.41) 0.2%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、50°C、2時間)。

79 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

80 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミド70mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。別にN,N-ジメチルホルムアミド70mLに水12mLを加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

85 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
86 =34.54mg C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S

### 87 貯法

88 保存条件 遮光して冷所に保存する。

89 容器 気密容器。

## 1 オリーブ油

### 1 オリーブ油

2 Olive Oil

3 OLEUM OLIVAE

4 本品は *Olea europaea* Linné (*Oleaceae*) の果実を圧搾して  
5 得た脂肪油である。

6 性状 本品は淡黄色の油で、敗油性でないわずかなにおいがあ  
7 り、味は緩和である。

8 本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する。

9 本品はエタノール(95)に溶けにくい。

10 本品は0~6℃で一部又は全部が凝固する。

11 脂肪酸の凝固点：17~26℃

12 比重 (1.13)  $d_{25}^{25}$ ：0.908~0.914

13 酸価 (1.13) 1.0以下。

14 けん化価 (1.13) 186~194

15 不けん化物 (1.13) 1.5%以下。

16 ヨウ素価 (1.13) 79~88

17 純度試験

18 (1) 乾性油 本品2mLに薄めた硝酸(1→4)10mLを加え、  
19 これに亜硝酸ナトリウムの粉末1gを少量ずつ加えながら、  
20 よく振り混ぜた後、冷所で4~10時間放置するとき、白色の  
21 固形物に凝固する。

22 (2) ラッカセイ油 本品1.0gを正確に量り、硫酸・ヘキサ  
23 ン・メタノール試液60mLに溶かし、還流冷却器を付けて水  
24 浴上で2.5時間沸騰させた後、冷却し、分液漏斗に移し、水  
25 100mLを加える。フラスコは石油エーテル50mLで洗い、洗  
26 液は分液漏斗に加え、振り混ぜた後、静置し、石油エーテル  
27 層を分取する。水層は更に石油エーテル50mLを加えて抽出  
28 し、石油エーテル層は先の石油エーテル液に合わせる。石油  
29 エーテル液は毎回水20mLを用いて洗液がメチルオレンジ試  
30 液で酸性を示さなくなるまで繰り返し洗浄する。無水硫酸ナ  
31 トリウム5gを加えて振り混ぜ、ろ過し、無水硫酸ナトリウ  
32 ムは石油エーテル10mLずつで2回洗い、洗液は先の漏斗を  
33 用いてろ過し、ろ液を合わせ、窒素を通じながら水浴上で石  
34 油エーテルを留去する。残留物をアセトンに溶かし、正確に  
35 20mLとし、試料溶液とする。別にベヘン酸メチル67mgを  
36 アセトンに溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確  
37 に量り、アセトンを加えて正確に20mLとし、標準溶液とす  
38 る。試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり、次の条件  
39 でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、それ  
40 ぞれの液のベヘン酸メチルのピーク高さ  $H_5$  及び  $H_6$  を測定す  
41 るとき、 $H_5$  は  $H_6$  より大きくない。

42 操作条件

43 検出器：水素炎イオン化検出器

44 カラム：内径約3mm、長さ約2mのガラス管に、ガスク  
45 ロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを  
46 シラン処理した150~180μmのガスクロマトグラフィー  
47 用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充てん  
48 する。

49 カラム温度：220℃付近の一定温度

50 キャリヤーガス：窒素

51 流量：ベヘン酸メチルの保持時間が約18分になるよう  
52 に調整する。

53 検出感度：標準溶液2μLから得たベヘン酸メチルのピー  
54 ク高さが5~10mmになるように調整する。

55 貯法 容器 気密容器。

1 オルシプレナリン硫酸塩

1 オルシプレナリン硫酸塩

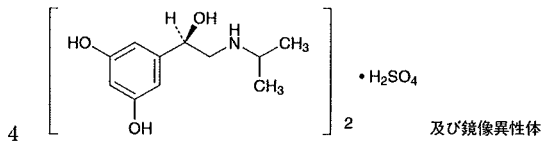
2 Orciprenaline Sulfate

3 硫酸オルシプレナリン

48 貯法

49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 気密容器。



5  $(\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 : 520.59$

6 5-{{(1*RS*)-1-Hydroxy-

7 2-[(1-methylethyl)amino]ethyl}benzene-1,3-diol

8 hemisulfate

9 [5874-97-5]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、オルシプレ

11 ナリン硫酸塩 $[(\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸(100)に

14 溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

16 融点：約220℃(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫

19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、

20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、

21 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を

22 認める。

23 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の

24 臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $1607\text{cm}^{-1}$ 、

25  $1153\text{cm}^{-1}$ 、 $1131\text{cm}^{-1}$ 及び $1110\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

26 (3) 本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応(1.09)を

27 呈する。

28 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～

29 5.5である。

30 純度試験

31 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、

32 その色は次の比較液より濃くない。

33 比較液：色の比較液T 3mLに薄めた塩酸(1→40)1mLを加

34 える。

35 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、

36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

37 下)。

38 (3) オルシプレナロン 本品0.200gをとり、0.01mol/L塩

39 酸試液に溶かし、正確に20mLとする。この液につき紫外可

40 視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長328nm

41 における吸光度は0.075以下である。

42 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(1g, 減圧, 105℃, 4時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品約0.7gを精密に量り、酢酸(100)100mLを加え、

45 水浴上で加温して溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)

46 する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

47 0.1mol/L過塩素酸1mL=52.06mg $(\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

1 オレンジ油

1 オレンジ油

2 Orange Oil

3 OLEUM AURANTII

4 本品は *Citrus* 属諸種植物 (*Rutaceae*) の食用に供する種類の

5 果皮を圧搾して得た精油である。

6 性状 本品は黄色～黄褐色の液で、特異な芳香があり、味はわ

7 ずかに苦い。

8 本品は等容量のエタノール(95)に濁って混和する。

9 屈折率 (2.45)  $n_D^{20}$ : 1.472～1.474

10 旋光度 (2.49)  $\alpha_D^{20}$ : +85～+99°(100mm).

11 比重 (1.13)  $d_{20}^{20}$ : 0.842～0.848

12 純度試験 重金属 (1.07) 本品1.0mLをとり、第2法により操

13 作し、試験を行う。比較液には鉛標準液4.0mLを加える

14 (40ppm以下)。

15 貯法

16 保存条件 遮光して保存する。

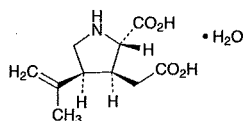
17 容器 気密容器。

# 1 カイニン酸水和物

## 1 カイニン酸水和物

2 Kainic Acid Hydrate

3 カイニン酸



5  $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$  : 231.25

6 (2*S*,3*S*,4*S*)-3-(Carboxymethyl)-

7 4-(1-methylethenyl)pyrrolidine-2-carboxylic acid

8 monohydrate

9 [487-79-6, 無水物]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、カイニン酸  
11 ( $C_{10}H_{15}NO_4$  : 213.23)99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
13 酸味がある。

14 本品は水又は温湯にやや溶けにくく、エタノール(95)又は  
15 酢酸(100)に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど  
16 溶けない。

17 本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

18 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは2.8~3.5である。

19 融点：約252°C(分解)。

### 20 確認試験

21 (1) 本品の水溶液(1→5000)5mLにニンヒドリン試液1mL  
22 を加え、60~70°Cの水浴中で5分間加温するとき、液は黄色  
23 を呈する。

24 (2) 本品0.05gを酢酸(100)5mLに溶かし、臭素試液0.5mL  
25 を加えるとき、試液の色は直ちに消える。

26 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -13~-17°(0.5g, 水, 50mL,  
27 200mm)。

### 28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
30 澄明である。

31 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gを白金るつぼにとり、炭酸  
32 ナトリウム試液5mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し  
33 た後、徐々に加熱し、ほとんど灰化するまで強熱する。冷後、  
34 希硝酸12mLを加え、加温して溶かした後、ろ過する。残留  
35 物を水15mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて  
36 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。

37 比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLに炭酸ナトリウム試液  
38 5mLを加え、以下同様に操作する(0.021%以下)。

39 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.5gに水40mLを加え、加温して  
40 溶かし、冷後、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。こ  
41 れを検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
42 0.30mLを加える(0.028%以下)。

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

45 (5) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
46 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
47 下)。

48 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし、これ

49 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

50 (7) アミノ酸又は他のイミノ酸 本品0.10gを水10mLに  
51 溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、水を  
52 加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、水  
53 を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
54 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。

55 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
56 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
57 水/1-ブタノール/酢酸(100)混液(5:4:1)の上層を展開  
58 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに  
59 ニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、  
60 80°Cで5分間乾燥するとき、試料溶液から得た主スポット以  
61 外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

62 乾燥減量 (2.41) 6.5~8.5%(1g, 105°C, 4時間)。

63 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

64 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、温湯50mL  
65 に溶かし、冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
66 (2.50) する(指示薬：プロモチモールブルー試液10滴)。

67 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=21.32mg  $C_{10}H_{15}NO_4$

68 貯法 容器 気密容器。

# 1 カイニン酸・サントニン散

## 1 カイニン酸・サントニン散

### 2 Kainic Acid and Santonin Powder

3 本品は定量するとき、サントニン( $C_{15}H_{18}O_3$ : 246.30)9.0  
4 ~11.0%及びカイニン酸水和物( $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ :  
5 231.25)1.80~2.20%を含む。

### 6 製法

サントニン	100g
カイニン酸水和物	20g
デンプン、乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

7 以上をとり、散剤の製法により製する。

8 性状 本品は白色である。

### 9 確認試験

10 (1) 本品1gにクロロホルム10mLを加え、振り混ぜた後、  
11 ろ過する[残留物は(2)の試験に用いる]。ろ液をとり、クロロ  
12 ホルムを留去し、残留物を水酸化カリウム・エタノール試液  
13 2mLに溶かすとき、液は赤色を呈する(サントニン)。

14 (2) (1)の残留物に温湯20mLを加えて振り混ぜた後、ろ過  
15 する。ろ液1mLに水10mL及びニンヒドリン・L-アスコル  
16 ビン酸試液1mLを加え、60~70℃の水浴中で5分間加温する  
17 とき、液は黄色を呈する(カイニン酸)。

### 18 定量法

19 (1) サントニン 本品約0.25g及び定量用サントニン約  
20 25mgを精密に量り、それぞれにエタノール(95)20mLを加え、  
21 5分間よく振り混ぜた後、ろ過する。残留物をエタノール  
22 (95)10mLずつで3回洗い、ろ過する。ろ液及び洗液を合わ  
23 せ、エタノール(95)を加えて正確に50mLとする。これらの  
24 液2mLずつを正確に量り、それぞれにエタノール(95)を加え  
25 て正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料  
26 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
27 より試験を行い、波長240nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測  
28 定する。

29 サントニン( $C_{15}H_{18}O_3$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

30  $M_S$ : 定量用サントニンの秤取量(mg)

31 (2) カイニン酸 本品約1.25gを精密に量り、薄めたピリ  
32 ジン(1→10)20mLを加え、5分間よく振り混ぜた後、ろ過す  
33 る。残留物を薄めたピリジン(1→10)10mLずつで3回洗い、  
34 ろ過する。ろ液及び洗液を合わせ、薄めたピリジン(1→10)  
35 を加えて正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、薄  
36 めたピリジン(1→10)を加えて正確に25mLとし、試料溶液  
37 とする。別に定量用カイニン酸を105℃で4時間乾燥し、そ  
38 の約25mgを精密に量り、薄めたピリジン(1→10)に溶かし、  
39 正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、薄めたピリ  
40 ジン(1→10)を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。  
41 試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り、それぞれに  
42 ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液2mLを加え、水浴上  
43 で30分間加熱した後、急冷し、2分間強く振り混ぜる。これ  
44 に水を加えて正確に20mLとし、15分間放置した後、薄めた  
45 ピリジン(1→10)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照  
46 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試

47 料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長425nmに  
48 おける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

49 カイニン酸水和物( $C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$ )の量(mg)  
50 =  $M_S \times A_T / A_S \times 1.085$

51  $M_S$ : 定量用カイニン酸の秤取量(mg)

### 52 貯法

53 保存条件 遮光して保存する。

54 容器 密閉容器。

## 1 カオリン

## 2 Kaolin

3 本品は天然に産する含水ケイ酸アルミニウムである。

4 性状 本品は白色～類白色の砕きやすい塊又は粉末で、わずかに粘土ようのにおいがある。

6 本品は水、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

8 本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない。

9 本品は水で潤すとき、暗色を帯び、可塑性となる。

## 10 確認試験

11 (1) 本品1gを磁製皿にとり、水10mL及び硫酸5mLを加え、ほとんど蒸発乾固するまで加熱する。冷後、水20mLを加え、2～3分間煮沸した後、ろ過するとき、残留物は灰色である。

14 (2) (1)のろ液はアルミニウム塩の定性反応(1.09)の(1)、(2)及び(4)を呈する。

## 16 純度試験

17 (1) 液性 本品1.0gを水25mLに加え、よく振り混ぜてろ過した液のpH(2.54)は4.0～7.5である。

19 (2) 酸可溶物 本品1.0gを希塩酸20mLに加え、15分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLを蒸発乾固し、450～550℃で恒量になるまで加熱するとき、残留物は0.010g以下である。

23 (3) 炭酸塩 本品1.0gを水5mLに加えてかき混ぜた後、薄めた硫酸(1→2)10mLを加えるとき、泡立たない。

25 (4) 重金属(1.07) 本品1.5gに水50mL及び塩酸5mLを加え、20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、遠心分離し、上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで2回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、アンモニア水(28)を滴加し、沈殿がわずかに生じたとき、強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす。この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.45gを加えて加熱し、冷後、酢酸ナトリウム三水合物0.45g及び希酢酸6mLを加え、必要ならばろ過し、水10mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて150mLとする。この液50mLをとり、これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.5mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g、酢酸ナトリウム三水合物0.15g、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(50ppm以下)。

38 (5) 鉄(1.10) 本品40mgに希塩酸10mLを加え、水浴中で10分間振り混ぜながら加熱する。冷後、L-酒石酸0.5gを加え、振り混ぜてL-酒石酸を溶かした後、以下第2法により検液を調製し、B法により試験を行う。比較液には鉄標準液2.0mLを加える(500ppm以下)。

43 (6) ヒ素(1.11) 本品1.0gに水5mL及び硫酸1mLを加え、砂浴上で白煙を生じるまで加熱し、冷後、水を加えて5mLとする。これを検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

46 (7) 異物 本品5gをビーカーに入れ、水100mLを加えてかき混ぜ、砂を残すように傾斜する。更に毎回水100mLを用いてこの操作を数回繰り返すとき、砂状の残留物を残さない。

50 強熱減量(2.43) 15.0%以下(1g, 600℃, 5時間)。

51 可塑性 本品5gに水7.5mLを加えてよく振り混ぜるとき、著しい流動性がない。

1 カカオ脂

1 カカオ脂

2 Cacao Butter

3 OLEUM CACAO

4 本品はカカオ *Theobroma cacao* Linné (*Sterculiaceae*)の

5 種子から得た脂肪である。

6 性状 本品は黄白色の堅くてもろい塊で、わずかにチョコレート

7 味のようなにおいがあり、敗油性のにおいはない。

8 本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく、

9 沸騰エタノール(99.5)にやや溶けやすく、エタノール(95)に

10 極めて溶けにくい。

11 脂肪酸の凝固点：45～50℃

12 融点：31～35℃ ただし、試料は融解せずに毛細管に詰

13 める。

14 比重 (1.13)  $d_{20}^{40}$  : 0.895～0.904

15 酸価 (1.13) 3.0以下。

16 けん化価 (1.13) 188～195

17 ヨウ素価 (1.13) 35～43

18 貯法 容器 密閉容器。



1 ガスえそウマ抗毒素

1 ガスえそウマ抗毒素

2 Gas Gangrene Antitoxin, Equine

3 ガスえそ抗毒素

4 本品はウマ免疫グロブリン中の *Clostridium perfringens*  
5 (*C. welchii*) Type A 抗毒素, *Clostridium septicum*  
6 (*Vibrion septique*) 抗毒素及び *Clostridium oedematiens* (*C.*  
7 *novyi*) 抗毒素を含む液状の注射剤である。

8 本品は *Clostridium histolyticum* 抗毒素を含むことがある。

9 本品は生物学的製剤基準のガスえそウマ抗毒素の条に適合  
10 する。

11 性状 本品は無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液で

12 ある。

1 過テクネチウム酸ナトリウム( $^{99m}\text{Tc}$ )注射液

1 過テクネチウム酸ナトリウム( $^{99m}\text{Tc}$ )注射  
2 液

3 Sodium Pertechnetate ( $^{99m}\text{Tc}$ ) Injection

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品はテクネチウム- $^{99m}$ を過テクネチウム酸ナトリウ  
6 ムの形で含む。

7 本品は放射性医薬品基準の過テクネチウム酸ナトリウム  
8 ( $^{99m}\text{Tc}$ )注射液の条に適合する。

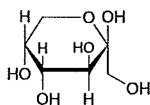
9 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒  
10 子試験法を適用しない。

11 性状 本品は無色澄明の液である。

# 1 果糖

## 1 果糖

2 Fructose



4  $C_6H_{12}O_6$  : 180.16

5  $\beta$ -D-Fructopyranose

6 [57-48-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、果糖  
8 ( $C_6H_{12}O_6$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で、においは  
10 なく、味は甘い。

11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にやや溶け  
12 にくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

13 本品は吸湿性である。

### 14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→20)2～3滴を沸騰フェーリング試液  
16 5mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

17 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
18 ースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照  
19 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
20 ところに同様の強度の吸収を認める。

21 pH(2.54) 本品4.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～  
22 6.5である。

### 23 純度試験

24 (1) 溶状 本品25.0gを水50mLに溶かすとき、液は澄明  
25 で、液の色は次の比較液より濃くない。

26 比較液：塩化コバルト(II)の色の比較原液1.0mL、塩化鉄  
27 (III)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(II)の色の比較原  
28 液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液3.0mLを  
29 とり、水を加えて50mLとする。

30 (2) 酸 本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶  
31 かし、フェノールフタレイン試液3滴及び0.01mol/L水酸化  
32 ナトリウム液0.60mLを加えるとき、液の色は赤色である。

33 (3) 塩化物(1.03) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
34 液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)。

35 (4) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
36 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)。

37 (5) 亜硫酸塩 本品0.5gを水5mLに溶かし、0.01mol/Lヨ  
38 ウ素液0.25mLを加えるとき、液は黄色である。

39 (6) 重金属(1.07) 本品5.0gをとり、第2法により操作し、  
40 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(4ppm以  
41 下)。

42 (7) カルシウム 本品0.5gを水5mLに溶かし、アンモニ  
43 ア試液2～3滴及びシユウ酸アンモニウム試液1mLを加えて1  
44 分間放置するとき、液は澄明である。

45 (8) ヒ素(1.11) 本品1.5gを水5mLに溶かし、希硫酸  
46 5mL及び臭素試液1mLを加え、5分間水浴上で加熱し、更に  
47 濃縮して5mLとし、冷後、これを検液とし、試験を行う  
48 (1.3ppm以下)。

49 (9) 5-ヒドロキシメチルフルフラール類 本品5.0gを水  
50 100mLに溶かす。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
51 (2.24)により試験を行うとき、波長284nmにおける吸光度  
52 は0.32以下である。

53 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 3時間)。

54 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約4gを精密に量り、アンモニア  
56 試液0.2mL及び水80mLに溶かし、30分間放置した後、水を  
57 加えて正確に100mLとし、旋光度測定法(2.49)により20±  
58 1℃, 層長100mmで旋光度 $\alpha_D$ を測定する。

59 果糖( $C_6H_{12}O_6$ )の量(mg) =  $|\alpha_D| \times 1087.0$

60 貯法 容器 気密容器。

## 1 果糖注射液

### 1 果糖注射液

#### 2 Fructose Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

5 果糖( $C_6H_{12}O_6$ : 180.16)を含む。

6 製法 本品は「果糖」をとり、注射剤の製法により製する。

7 本品には保存剤を加えない。

8 性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、味は甘い。

#### 9 確認試験

10 (1) 本品の表示量に従い「果糖」1gに対応する容量をと  
11 り、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水浴上で濃縮して  
12 20mLとし、試料溶液とする。試料溶液2～3滴を沸騰フェー  
13 リング試液5mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

14 (2) (1)の試料溶液10mLにレソルシノール0.1g及び塩酸  
15 1mLを加え、水浴中で3分間加温するとき、液は赤色を呈す  
16 る。

17 pH (2.54) 3.0～6.5 ただし、表示濃度が5%を超えるとき  
18 は、水を用いて5%溶液を調製し、この液につき試験を行う。

#### 19 純度試験

20 (1) 重金属 (1.07) 本品の表示量に従い「果糖」5.0gに  
21 対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、  
22 第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液  
23 2.0mLを加える。

24 (2) ヒ素 (1.11) 本品の表示量に従い「果糖」1.5gに対  
25 応する容量をとり、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水  
26 浴上で濃縮して5mLとし、希硫酸5mL及び臭素試液1mLを  
27 加え、以下「果糖」の純度試験(8)を準用する。

28 強熱残分 (2.44) 本品の表示量に従い「果糖」2gに対応する  
29 容量を正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、試験を行うとき、  
30 その量は2mg以下である。

31 エンドトキシン (4.01) 0.5EU/mL未満。

32 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

33 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

34 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

35 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
36 適合する。

37 定量法 本品の果糖( $C_6H_{12}O_6$ )約4gに対応する容量を正確に量  
38 り、アンモニア試液0.2mL及び水を加えて正確に100mLと  
39 し、よく振り混ぜ、30分間放置した後、旋光度測定法  
40 (2.49) により $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 、層長100mmで旋光度 $\alpha_D$ を測定する。

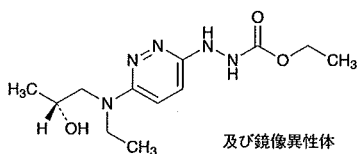
41 果糖( $C_6H_{12}O_6$ )の量(mg) =  $|\alpha_D| \times 1087.0$

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

1 カドララジン

1 カドララジン

2 Cadralazine



4 C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub> : 283.33

5 Ethyl 3-(6-{ethyl[(2*S*)-2-hydroxypropyl]amino}pyridazin-3-yl)carbazate

7 [64241-34-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、カドララジン  
9 (C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は微黄色~淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けや  
12 すく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

13 本品は0.05mol/L硫酸試液に溶ける。

14 本品のメタノール溶液(1→40)は旋光性を示さない。

15 融点：約165°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の0.05mol/L硫酸試液溶液(1→125000)につき、  
18 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
19 し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較する  
20 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
21 収を認める。

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

26 純度試験

27 (1) 塩化物 (1.03) 本品0.40gをメタノール15mLに溶か  
28 し、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液と  
29 し、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLにメタノ  
30 ール15mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする  
31 (0.036%以下)。

32 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
34 下)。

35 (3) 類縁物質 本品50mgを0.05mol/L硫酸試液20mLに溶  
36 かし、水を加えて100mLとし、試料溶液とする。この液  
37 1mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶  
38 液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、  
39 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
40 う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測  
41 定するとき、試料溶液のカドララジンに対する相対保持時間  
42 約2.1のピーク面積は、標準溶液のカドララジンのピーク面  
43 積より大きくなく、カドララジン及び上記のピーク以外のピ  
44 ークの面積は、標準溶液のカドララジンのピーク面積の2/  
45 5より大きくない。また、試料溶液のカドララジン以外のピ  
46 ークの合計面積は、標準溶液のカドララジンのピーク面積の  
47 2倍より大きくない。ただし、カドララジンに対する相対保

48 持時間約0.49及び約2.1のピーク面積は自動積分法で求めた  
49 面積にそれぞれ感度係数0.65及び1.25を乗じた値とする。

50 試験条件

51 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

52 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
53 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
54 リカゲルを充てんする。

55 カラム温度：40°C付近の一定温度

56 移動相：酢酸ナトリウム三水合物13.6gを水800mLに溶  
57 かし、希酢酸を加えてpH5.8に調整した後、水を加え  
58 て1000mLとする。この液860mLにアセトニトリル  
59 140mLを加える。

60 流量：カドララジンの保持時間が約10分になるように  
61 調整する。

62 面積測定範囲：カドララジンの保持時間の約3倍の範囲  
63 システム適合性

64 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水を加えて  
65 正確に25mLとする。この液10μLから得たカドララ  
66 ジンのピーク面積が、標準溶液のカドララジンのピー  
67 クの面積の15~25%になることを確認する。

68 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
69 操作するとき、カドララジンのピークの理論段数及び  
70 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5以下  
71 である。

72 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、カドララジンのピーク面  
74 積の相対標準偏差は4.0%以下である。

75 (4) 残留溶媒 別に規定する。

76 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

77 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

78 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
79 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
80 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

81 0.1mol/L過塩素酸1mL=28.33mg C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>

82 貯法 容器 密閉容器。

# 1 カドラルラジン錠

## 1 カドラルラジン錠

### 2 Cadralazine Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 カドラルラジン(C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>: 283.33)を含む。

5 製法 本品は「カドラルラジン」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「カドラルラジン」  
8 20mgに対応する量を取り、0.05mol/L硫酸試液50mLを加え  
9 てよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液1mLに  
10 0.05mol/L硫酸試液を加えて50mLとした液につき、紫外可  
11 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定すると  
12 き、波長247~251nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、0.05mol/L硫酸試液30mLを加え、よく振  
16 り混ぜて崩壊させた後、0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に  
17 50mLとする。この液を遠心分離し、上澄液3mLを正確に量  
18 り、1mL中にカドラルラジン(C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)約6μgを含む液とな  
19 るように0.05mol/L硫酸試液を加え、正確にV mLとし、試  
20 料溶液とする。別に定量用カドラルラジンを105℃で3時間乾  
21 燥し、その約20mgを精密に量り、0.05mol/L硫酸試液に溶  
22 かし、正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、  
23 0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液と  
24 する。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
25 (2.24)により試験を行い、波長249nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
26 びA<sub>S</sub>を測定する。

27 カドラルラジン(C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)  
28 
$$=M_S \times A_T / A_S \times V / 200$$

29 M<sub>S</sub>: 定量用カドラルラジンの秤取量(mg)

30 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
31 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
32 80%以上である。

33 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
34 20mL以上をとり、孔径0.5μm以下のメンブランフィルター  
35 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
36 確に量り、表示量に従い1mL中にカドラルラジン  
37 (C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確  
38 にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用カドラルラジ  
39 を105℃で3時間乾燥し、その約30mgを精密に量り、水に溶  
40 かし、正確に200mLとする。この液4mLを正確に量り、水  
41 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
42 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試  
43 験を行い、波長254nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

44 カドラルラジン(C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
45 
$$=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

46 M<sub>S</sub>: 定量用カドラルラジンの秤取量(mg)

47 C: 1錠中のカドラルラジン(C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

48 定量法 本品10個をとり、0.05mol/L硫酸試液70mLを加え、  
49 よく振り混ぜて崩壊させた後、0.05mol/L硫酸試液を加え、

50 正確に200mLとする。この液を遠心分離し、カドラルラジン  
51 (C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)約2.5mgに対応する容量の上澄液を正確に量り、  
52 内標準溶液5mLを正確に加えた後、水を加えて25mLとし、  
53 試料溶液とする。別に定量用カドラルラジンを105℃で3時間  
54 乾燥し、その約25mgを精密に量り、0.05mol/L硫酸試液に  
55 溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、内  
56 標準溶液5mLを正確に加えた後、水を加えて25mLとし、標  
57 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLにつき、次の条件  
58 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標  
59 準物質のピーク面積に対するカドラルラジンのピーク面積の比  
60 Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

61 カドラルラジン(C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)  
62 
$$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$$

63 M<sub>S</sub>: 定量用カドラルラジンの秤取量(mg)

64 内標準溶液 p-トルエンスルホンアミドのアセトニトリ  
65 ル溶液(1→50)

66 試験条件

67 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 250nm)

68 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
69 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
70 リカゲルを充てんする。

71 カラム温度: 40℃付近の一定温度

72 移動相: 酢酸ナトリウム三水和物13.6gを水800mLに溶  
73 かし、希酢酸を加えてpH5.8に調整した後、水を加え  
74 て1000mLとする。この液860mLにアセトニトリル  
75 140mLを加える。

76 流量: カドラルラジンの保持時間が約10分になるように  
77 調整する。

78 システム適合性

79 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
80 作するとき、カドラルラジン、内標準物質の順に溶出し、  
81 その分離度は3以上である。

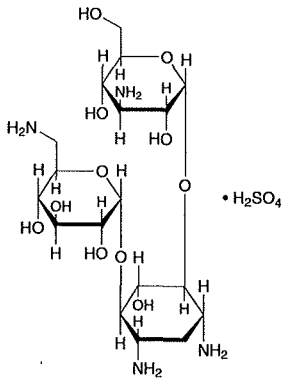
82 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
83 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
84 対するカドラルラジンのピーク面積の比の相対標準偏差  
85 は1.0%以下である。

86 貯法 容器 密閉容器。

1 カナマイシン—硫酸塩

2 Kanamycin Monosulfate

3 一硫酸カナマイシン



4

5  $C_{18}H_{36}N_4O_{11} \cdot H_2SO_4$  ; 582.58

6 3-Amino-3-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)-

7 [6-amino-6-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)]-2-deoxy-

8 D-streptamine monosulfate

9 [25389-94-0]

10 本品は、*Streptomyces kanamyceticus*の培養によって得  
11 られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸  
12 塩である。

13 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり750～  
14 832 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、カナマイシン  
15 ( $C_{18}H_{36}N_4O_{11}$  : 484.50)としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

17 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶け  
18 ない。

19 確認試験

20 (1) 本品50mgを水3mLに溶かし、アントロン試液6mLを  
21 加えるとき、液は青紫色を呈する。

22 (2) 本品及びカナマイシン—硫酸塩標準品20mgずつをそ  
23 れぞれ水1mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。こ  
24 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試  
25 験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグ  
26 ラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットす  
27 る。次にクロロホルム/アンモニア水(28)/メタノール混液  
28 (2 : 1 : 1)の上澄液を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
29 層板を風乾する。これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1-ブタ  
30 ノール試液を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、  
31 試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポット  
32 は紫褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

33 (3) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 5)に塩化バリウム試液1滴を加える  
34 とき、白色の沈殿を生じる。

35 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +112 $\sim$ +123 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したも  
36 の0.2g, 水, 20mL, 100mm)。

37 硫酸の量 本品約0.25gを精密に量り、水100mLに溶かし、ア  
38 ンモニア水(28)でpHを11.0に調整する。この液に0.1mol/L  
39 塩化バリウム液10mLを正確に加え、0.1mol/Lエチレンジア  
40 ミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示

41 薬 : フタレインパープル0.5mg)。ただし、液の色が変わり  
42 始めたときにエタノール(99.5)50mLを加え、滴定の終点は、  
43 液の青紫色が無色になるときとする。同様の方法で空試験  
44 を行う。硫酸(SO<sub>4</sub>)の量は、乾燥物に換算した本品に対して  
45 15.0 $\sim$ 17.0%である。

46 0.1mol/L塩化バリウム液1mL=9.606mg SO<sub>4</sub>

47 純度試験

48 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
49 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
50 下)。

51 (2) ヒ素 (1.11) 本品2.0gをとり、第4法により検液を調  
52 製し、試験を行う(1ppm以下)。

53 (3) 類縁物質 本品0.30gを水に溶かし、正確に10mLと  
54 し、試料溶液とする。別にカナマイシン—硫酸塩標準品  
55 45mgを水に溶かし、正確に50mLとし、標準溶液とする。

56 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
57 試験を行う。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
58 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
59 する。次にリン酸二水素カリウム溶液(3 $\rightarrow$ 40)を展開溶媒と  
60 して約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒ  
61 ドリンの1-ブタノール溶液(1 $\rightarrow$ 100)を均等に噴霧した後、  
62 110 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット  
63 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

64 乾燥減量 (2.41) 4.0%以下(5g, 減圧・0.67kPa以下, 60 $^{\circ}$ C,  
65 3時間)。

66 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(1g)。

67 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
68 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

69 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

70 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

71 (iii) 標準溶液 カナマイシン—硫酸塩標準品を乾燥し、そ  
72 の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたpH6.0  
73 のリン酸塩緩衝液(1 $\rightarrow$ 2)に溶かして正確に50mLとし、標準  
74 原液とする。標準原液は5 $\sim$ 15 $^{\circ}$ Cに保存し、30日以内に使用  
75 する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/L  
76 リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)  
77 を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とす  
78 る。

79 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
80 り、水に溶かして正確に50mLとする。この液適量を正確に  
81 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
82 20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶  
83 液及び低濃度試料溶液とする。

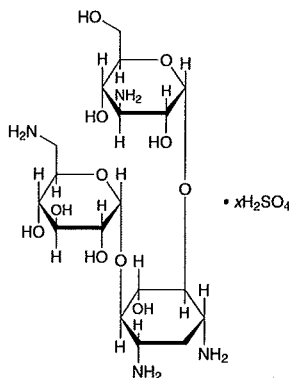
84 貯法 容器 密閉容器。

1 カナマイシン硫酸塩

1 カナマイシン硫酸塩

2 Kanamycin Sulfate

3 硫酸カナマイシン



4

5  $C_{18}H_{36}N_4O_{11} \cdot xH_2SO_4$

6 3-Amino-3-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)-

7 [6-amino-6-deoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)]-2-deoxy-

8 D-streptamine sulfate

9 [133-92-6]

10 本品は、*Streptomyces kanamyceticus*の培養によって得  
11 られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸  
12 塩である。

13 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり690～  
14 740 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、カナマイシン  
15 ( $C_{18}H_{36}N_4O_{11}$  : 484.50)としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色～黄白色の粉末である。

17 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にほとん  
18 ど溶けない。

19 確認試験

20 (1) 本品及びカナマイシン硫酸塩標準品20mgずつを水  
21 1mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液  
22 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
23 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
24 シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にク  
25 ロロホルム/アンモニア水(28)/メタノール混液(2 : 1 : 1)  
26 を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
27 これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1-ブタノール試液を均等  
28 に噴霧した後、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料溶液から  
29 得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈  
30 し、それらの $R_f$ 値は等しい。

31 (2) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 10)は硫酸塩の定性反応(1)(1.09)を  
32 呈する。

33 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +103～+115 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したも  
34 の0.5g, 水, 50mL, 100mm)。

35 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～  
36 7.5である。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品1.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色～  
39 微黄色澄明である。

40 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、

41 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
42 下)。

43 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第3法により検液を調  
44 製し、試験を行う(1ppm以下)。

45 (4) 類縁物質 本品0.30gを水に溶かして正確に10mLと  
46 し、試料溶液とする。別にカナマイシン硫酸塩標準品  
47 9.0mgを水に溶かして正確に10mLとし、標準溶液とする。

48 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
49 試験を行う。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
50 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
51 する。次にリン酸二水素カリウム溶液(3 $\rightarrow$ 40)を展開溶媒と  
52 して約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒ  
53 ドリンの1-ブタノール溶液(1 $\rightarrow$ 100)を均等に噴霧した後、  
54 110 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット  
55 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

56 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.5g, 減圧・0.67kPa以下, 60 $^{\circ}$ C,  
57 3時間)。

58 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
59 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

60 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

61 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。ただし、滅菌後の  
62 pHは7.8～8.0とする。

63 (iii) 標準溶液 カナマイシン硫酸塩標準品を乾燥し、そ  
64 の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたpH6.0  
65 のリン酸塩緩衝液(1 $\rightarrow$ 2)に溶かして正確に50mLとし、標準  
66 原液とする。標準原液は5～15 $^{\circ}$ Cに保存し、30日以内に使用  
67 する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/L  
68 リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)  
69 を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とす  
70 する。

71 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
72 り、水に溶かして正確に50mLとする。この液適量を正確に  
73 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
74 20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶  
75 液及び低濃度試料溶液とする。

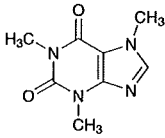
76 貯法 容器 気密容器。



1 無水カフェイン

1 無水カフェイン

2 Anhydrous Caffeine



3

4  $C_8H_{10}N_4O_2$  : 194.19

5 1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione

6 [58-08-2]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、カフェイン  
8 ( $C_8H_{10}N_4O_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはなく、味は苦い。  
10 本品はクロロホルムに溶けやすく、水、無水酢酸又は酢酸  
11 (100)にやや溶けにくく、エタノール(95)又はジエチルエー  
12 テルに溶けにくい。

13 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5~6.5である。

14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液を滴加  
16 するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試  
17 液を滴加するとき溶ける。

18 (2) 本品0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加え  
19 て水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。ま  
20 た、これをアンモニア試液2~3滴を入れた容器の上にかざ  
21 すとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液2  
22 ~3滴を加えるとき、消える。

23 (3) 本品0.01gを水に溶かし50mLとする。この液5mLに  
24 薄めた酢酸(31)(3→100)3mL及び薄めたピリジン(1→  
25 10)5mLを加えて混和した後、薄めた次亜塩素酸ナトリウム  
26 試液(1→5)2mLを加え、1分間放置する。これにチオ硫酸ナ  
27 トリウム試液2mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加える  
28 とき、黄色を呈する。

29 融点 (2.60) 235~238°C

30 純度試験

31 (1) 塩化物 (1.03) 本品2.0gを熱湯80mLに溶かし、20°C  
32 に急冷し、水を加えて100mLとし、試料溶液とする。試料  
33 溶液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これ  
34 を検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
35 0.25mLを加える(0.011%以下)。

36 (2) 硫酸塩 (1.14) (1)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及  
37 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
38 比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.024%以下)。

39 (3) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
40 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
41 下)。

42 (4) 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし、  
43 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
44 を加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、  
45 クロロホルムを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。  
46 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
47 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマ

48 トグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
49 層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール(95)混  
50 液(9:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
51 乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料  
52 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
53 たスポットより濃くない。

54 (5) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
55 液の色は色の比較液Dより濃くない。

56 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 80°C, 4時間)。

57 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸/  
59 酢酸(100)混液(6:1)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
60 定 (2.50) する(指示薬:クリスタルバイオレット試液3滴)。  
61 ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わると  
62 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

63 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.42mg  $C_8H_{10}N_4O_2$

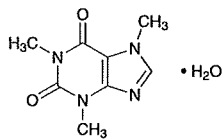
64 貯法 容器 気密容器。

1 カフェイン水和物

1 カフェイン水和物

2 Caffeine Hydrate

3 カフェイン



4

5  $C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$  : 212.21

6 1,3,7-Trimethyl-1H-purine-2,6-(3H,7H)-dione

7 monohydrate

8 [5743-12-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、カフェイン  
10 ( $C_8H_{10}N_4O_2$  : 194.19)98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の柔らかい結晶又は粉末で、においはなく、  
12 味はやや苦い。

13 本品はクロロホルムに溶けやすく、水、酢酸(100)又は無  
14 水酢酸にやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、ジ  
15 エチルエーテルに極めて溶けにくい。

16 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5~6.5である。

17 本品は乾燥空气中で風解する。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→500)2mLにタンニン酸試液を滴加  
20 するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試  
21 液を滴加するとき溶ける。

22 (2) 本品0.01gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加え  
23 て水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。ま  
24 た、これをアンモニア試液2~3滴を入れた容器の上にかざ  
25 すとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液2  
26 ~3滴を加えるとき、消える。

27 (3) 本品0.01gを水に溶かし50mLとする。この液5mLに  
28 薄めた酢酸(31)(3→100)3mL及び薄めたピリジン(1→  
29 10)5mLを加えて混和した後、薄めた次亜塩素酸ナトリウム  
30 試液(1→5)2mLを加え、1分間放置する。これにチオ硫酸ナ  
31 トリウム試液2mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加える  
32 とき、黄色を呈する。

33 融点 (2.60) 235~238°C(乾燥後)。

34 純度試験

35 (1) 塩化物 (1.03) 本品2.0gを熱湯80mLに溶かし、20°C  
36 に急冷し、水を加えて100mLとし、試料溶液とする。試料  
37 溶液40mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これ  
38 を検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
39 0.25mLを加える(0.011%以下)。

40 (2) 硫酸塩 (1.14) (1)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及  
41 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
42 比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.024%以下)。

43 (3) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
44 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
45 下)。

46 (4) 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし、  
47 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム

48 を加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、  
49 クロロホルムを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。  
50 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
51 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマ  
52 トグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
53 層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール(95)混  
54 液(9:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
55 乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料  
56 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
57 たスポットより濃くない。

58 (5) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
59 液の色は色の比較液Dより濃くない。

60 乾燥減量 (2.41) 0.5~8.5%(1g, 80°C, 4時間)。

61 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

62 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸/  
63 酢酸(100)混液(6:1)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
64 定 (2.50) する(指示薬:クリスタルバイオレット試液3滴)。  
65 ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わると  
66 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

67 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.42mg  $C_8H_{10}N_4O_2$

68 貯法 容器 気密容器。

## 1 カプセル

### 1 カプセル

#### 2 Capsules

3 本品はゼラチンなど日本薬局方に収載されている適当なカ  
4 プセル基剤を用いて製し、一端を閉じた交互に重ね合わせる  
5 ことができる一対の円筒体である。

6 製法 本品は「ゼラチン」など日本薬局方に収載されている適  
7 当なカプセル基剤に水を加え、加温して溶かし、必要ならば  
8 「グリセリン」又は「D-ソルビトール」、乳化剤、分散剤、  
9 保存剤、着色剤などを加え、濃厚なかかわ状の液とし、温時  
10 成型して製する。

11 本品は必要に応じて滑沢剤を塗布することができる。

12 性状 本品はにおいはなく、弾力性がある。

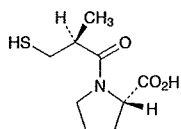
13 純度試験 におい、溶状及び液性 本品1個(1対)を重ね合わせ  
14 ずに100mLの三角フラスコに入れ、水50mLを加え、37±  
15 2°Cに保ちながらしばしば振り動かす。この試験を5回行う  
16 とき、いずれも10分以内に溶ける。また、この液はいずれ  
17 もにおいがなく、中性又は弱酸性を呈する。

18 貯法 容器 密閉容器。

# 1 カプトプリル

## 1 カプトプリル

### 2 Captopril



4  $C_9H_{15}NO_3S$  : 217.29

5 (2S)-1-[(2S)-2-Methyl-3-sulfanylpropanoyl]pyrrolidine-2-

6 carboxylic acid

7 [62571-86-2]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、カプトプリ  
9 ル( $C_9H_{15}NO_3S$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)  
12 に溶けやすく、水にやや溶けやすい。

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

17 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : -125~-134°(乾燥後, 0.1g, エタ  
18 ノール(99.5)10mL, 100mm)。

19 融点 (2.60) 105~110°C

### 20 純度試験

21 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
22 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
23 下)。

24 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
25 製し、試験を行う(2ppm以下)。

26 (3) 類縁物質 本品0.20gをとり、メタノールに溶かし、  
27 正確に10mLとし、試料溶液とする。別に1,1'-[3,3'-ジチ  
28 オビス(2-メチル-1-オキシプロピル)]-L-ジプロリン  
29 15mgをとり、メタノールに溶かし、正確に250mLとし、標  
30 準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
31 (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつ  
32 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
33 層板にスポットする。次にトルエン/酢酸(100)混液(13 : 7)  
34 を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。  
35 これをヨウ素蒸気中に30分間放置するとき、標準溶液から  
36 得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポット及  
37 び主スポット以外のスポットは、2個以下で、標準溶液から  
38 得たスポットより濃くない。

39 (4) 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキシプロピ  
40 ル)]-L-ジプロリン 本品0.10gをとり、メタノールに溶か  
41 し、正確に20mLとし、試料溶液とする。別に1,1'-[3,3'-  
42 ジチオビス(2-メチル-1-オキシプロピル)]-L-ジプロリ  
43 ン25mgをとり、メタノールに溶かし、正確に250mLとし、  
44 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確に  
45 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試  
46 験を行う。それぞれの液の1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチ  
47 ル-1-オキシプロピル)]-L-ジプロリンのピーク面積 $A_T$ 及  
48 び $A_S$ を測定するとき、 $A_T$ は $A_S$ より大きくない。

### 49 試験条件

50 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 220nm)

51 カラム : 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
52 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
53 ル化シリカゲルを充てんする。

54 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

55 移動相 : 水/メタノール/リン酸混液(1000 : 1000 : 1)

56 流量 : 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキシプロ  
57 ピル)]-L-ジプロリンの保持時間が約10分になる  
58 ように調整する。

### 59 システム適合性

60 システムの性能 : 本品及び1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-  
61 メチル-1-オキシプロピル)]-L-ジプロリン25mg  
62 ずつをメタノール200mLに溶かす。この液20 $\mu$ Lにつ  
63 き、上記の条件で操作するとき、本品、1,1'-[3,3'-  
64 ジチオビス(2-メチル-1-オキシプロピル)]-L-ジ  
65 プロリンの順に溶出し、その分離度は3以上である。

66 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
67 で試験を5回繰り返すとき、1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-  
68 メチル-1-オキシプロピル)]-L-ジプロリンのピ  
69 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 80°C, 3時間)。

71 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

72 定量法 本品約0.3gを精密に量り、水100mLに溶かし、希硫  
73 酸20mL及びヨウ化カリウム1gを加えて振り混ぜ、1/60  
74 mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬 : デン  
75 ブン試液2mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

76 1/60 mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

77 = 21.73mg  $C_9H_{15}NO_3S$

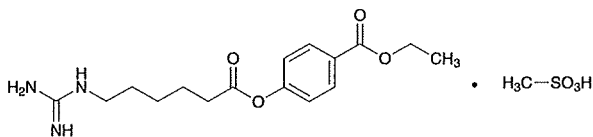
78 貯法 容器 気密容器。

1 ガベキサートメシル酸塩

1 ガベキサートメシル酸塩

2 Gabexate Mesilate

3 メシル酸ガベキサート



5 C<sub>16</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 417.48

6 Ethyl 4-(6-guanidinohexanoyloxy)benzoate

7 monomethanesulfonate

8 [56974-61-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ガベキサートメシル  
10 酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S)98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす  
13 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→2000)4mLに1-ナフトール試液  
16 2mL及びジアセチル試液1mLを加え、10分間放置するとき、  
17 液は赤色を呈する。

18 (2) 本品1gを水5mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液  
19 2mLを加え、水浴中で5分間加熱する。冷後、希硝酸2mL及  
20 びエタノール(95)5mLを加えて振り混ぜ、塩化鉄(III)試液5  
21 滴を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

22 (3) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
23 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
24 トルと本品の参照スペクトル又はガベキサートメシル酸塩標  
25 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
26 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
27 吸収を認める。

28 (4) 本品0.1gはメシル酸塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。  
29 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5~  
30 5.5である。

31 融点(2.60) 90~93℃

32 純度試験

33 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かした液は無色澄明で  
34 ある。

35 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
37 下)。

38 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、1mol/L塩酸試液  
39 20mLに水浴中で加熱して溶かし、更に20分間加熱する。冷  
40 後、遠心分離し、上澄液10mLをとる。これを検液とし、試  
41 験を行う(2ppm以下)。

42 (4) パラオキシ安息香酸エチル 本品を乾燥し、その  
43 50mgをとり、希エタノールに溶かし、正確に100mLとする。  
44 この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
45 試料溶液とする。別にパラオキシ安息香酸エチル5.0mgをと  
46 り、希エタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液  
47 1mLを正確に量り、希エタノールを加えて正確に20mLとす

48 る。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加  
49 え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3μLにつき、次  
50 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
51 内標準物質のピーク面積に対するパラオキシ安息香酸エチル  
52 のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求めるとき、Q<sub>T</sub>はQ<sub>S</sub>より大  
53 きくない。

54 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶  
55 液(1→5000)

56 試験条件

57 定量法の試験条件を準用する。

58 システム適合性

59 定量法のシステム適合性を準用する。

60 (5) 類縁物質 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし、  
61 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
62 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液  
63 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
64 試料溶液及び標準溶液5μLずつを、薄層クロマトグラフィー  
65 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
66 酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として  
67 約10cm展開した後、薄層板を酢酸のにおいがなくなるまで  
68 風乾する。これに8-キノリノールのアセトン溶液(1→  
69 1000)を均等に噴霧し、風乾した後、臭素・水酸化ナトリウ  
70 ム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット  
71 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

72 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。  
73 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

74 定量法 本品及びガベキサートメシル酸塩標準品を乾燥し、そ  
75 の約50mgずつを精密に量り、それぞれを希エタノールに溶  
76 かし、正確に100mLとする。この液5mLずつを正確に量り、  
77 それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え、試料溶液及び標  
78 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3μLにつき、次の条件  
79 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標  
80 準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比  
81 Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め、

82 ガベキサートメシル酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S)の量(mg)  
83 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

84 M<sub>S</sub>: ガベキサートメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

85 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶  
86 液(1→5000)

87 試験条件

88 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 245nm)

89 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
90 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
91 リカゲルを充てんする。

92 カラム温度: 25℃付近の一定温度

93 移動相: メタノール/ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→  
94 1000)/1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→  
95 200)/酢酸(100)混液(540:200:20:1)

96 流量: ガベキサートの保持時間が約13分になるように  
97 調整する。

98 システム適合性

99 システムの性能: 標準溶液3μLにつき、上記の条件で操

## 2 ガベキサートメシル酸塩

- 100 作するとき、内標準物質、ガベキサートの順に溶出し、  
101 その分離度は5以上である。  
102 システム再現性：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試  
103 験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対  
104 するガベキサートのピーク面積の比の相対標準偏差は  
105 1.0%以下である。  
106 貯法 容器 気密容器。

1 過マンガン酸カリウム

1 過マンガン酸カリウム

2 Potassium Permanganate

3  $\text{KMnO}_4$ : 158.03

4 本品を乾燥したものは定量するとき、過マンガン酸カリウ  
5 ム( $\text{KMnO}_4$ )99.0%以上を含む。

6 性状 本品は暗紫色の結晶で、金属性光沢がある。

7 本品は水にやや溶けやすい。

8 本品の水溶液(1→1000)はやや甘味があり、収れん性であ  
9 る。

10 確認試験 本品の水溶液(1→100)は過マンガン酸塩の定性反応  
11 (1.09)を呈する。

12 純度試験

13 (1) 水不溶物 本品を粉末とし、その2.0gを水200mLに  
14 溶かし、質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、不溶  
15 物を洗液が無色となるまで水で洗い、105°Cで2時間乾燥す  
16 るとき、その量は4mg以下である。

17 (2) ヒ素 (1.11) 本品0.40gを水10mLに溶かし、硫酸  
18 1mLを加え、過酸化水素(30)を滴加して完全に脱色した後、  
19 砂浴上でほとんど蒸発し、残留物を水5mLに溶かす。これ  
20 を検液とし、試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

21 標準色：水10mLに硫酸1mL及び検液の調製と同量の過酸  
22 化水素(30)を加え、砂浴上でほとんど蒸発し、ヒ素標準  
23 液2.0mL及び水を加えて5mLとし、以下検液の試験と  
24 同様に操作する(5ppm以下)。

25 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, シリカゲル, 18時間)。

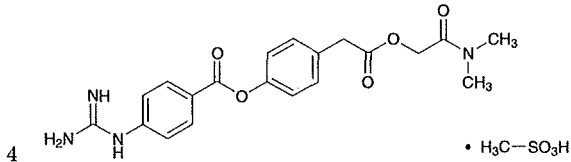
26 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、水に溶かし  
27 正確に200mLとし、試料溶液とする。0.05mol/Lシュウ酸液  
28 25mLを500mLの三角フラスコ中に正確に量り、薄めた硫酸  
29 (1→20)200mLを加え、液温を30~35°Cとし、試料溶液をビ  
30 ュレットに入れ、穏やかに振り混ぜながら、その23mLを速  
31 やかに加え、液の赤色が消えるまで放置する。次に55~  
32 60°Cに加温し、30秒間持続する赤色を呈するまで、徐々に  
33 滴定 (2.50) する。

34 0.05mol/Lシュウ酸液1mL=3.161mg  $\text{KMnO}_4$

35 貯法 容器 気密容器。

1 カモスタットメシル酸塩

- 2 Camostat Mesilate  
3 メシル酸カモスタット



- 5  $C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$  : 494.52  
6 Dimethylcarbamoylmethyl  
7 4-(4-guanidinobenzoyloxy)phenylacetate  
8 monomethanesulfonate  
9 [59721-29-8]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、カモスタットメシル  
11 酸塩( $C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$ )98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、  
14 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→2000)4mLに1-ナフトール試液  
17 2mL及びジアセチル試液1mLを加え、10分間放置するとき、  
18 液は赤色を呈する。

19 (2) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトル又はカモスタットメシル酸塩標  
22 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
23 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
24 吸収を認める。

25 (3) 本品0.1gはメシル酸塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

26 融点(2.60) 194~198°C

27 純度試験

28 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、水40mLに加温して  
29 溶かし、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
30 液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mL及び希酢酸  
31 2mLを加える(20ppm以下)。

32 (2) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、2mol/L塩酸試液  
33 20mLに水浴中で加熱して溶かし、更に20分間加熱する。冷  
34 後、遠心分離し、上澄液10mLをとる。これを検液とし、試  
35 験を行う(2ppm以下)。

36 (3) 類縁物質 本品30mgをエタノール(95)10mLに溶かし、  
37 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
38 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液  
39 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
40 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
41 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
42 酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として  
43 約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気  
44 中に一夜放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外の  
45 スポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, シリカゲル, 105°C, 3時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

48 定量法 本品及びカモスタットメシル酸塩標準品を乾燥し、そ  
49 の約50mgずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確  
50 に50mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに  
51 内標準溶液5mLずつを正確に加え、試料溶液及び標準溶液  
52 とする。試料溶液及び標準溶液2μLにつき、次の条件で液体  
53 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
54 のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比 $Q_T$ 及  
55 び $Q_S$ を求める。

56 カモスタットメシル酸塩( $C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$ )の量(mg)  
57  $= M_S \times Q_T / Q_S$

58  $M_S$ : カモスタットメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

59 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのエタノール(95)  
60 溶液(1→1500)

61 試験条件

62 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 265nm)

63 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
64 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
65 リカゲルを充てんする。

66 カラム温度: 25°C付近の一定温度

67 移動相: メタノール/1-ヘプタンスルホン酸ナトリウ  
68 ム溶液(1→500)/ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→  
69 1000)/酢酸(100)混液(200:100:50:1)

70 流量: カモスタットの保持時間が約10分になるように  
71 調整する。

72 システム適合性

73 システムの性能: 標準溶液2μLにつき、上記の条件で操  
74 作するとき、カモスタット、内標準物質の順に溶出し、  
75 その分離度は5以上である。

76 システムの再現性: 標準溶液2μLにつき、上記の条件で  
77 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
78 対するカモスタットのピーク面積の比の相対標準偏差  
79 は1.0%以下である。

80 貯法 容器 気密容器。



1 β-ガラクトシダーゼ(アスペルギルス)

1 β-ガラクトシダーゼ(アスペルギルス)

2 β-Galactosidase (Aspergillus)

3 アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ

4 [9031-11-2]

5 本品は *Aspergillus oryzae* の産生する乳糖分解力がある酵  
6 素を含むものである。

7 本品は定量するとき、1g当たり8000~12000単位を含む。

8 本品は通例、「マルトース水和物」と「デキストリン」又  
9 は「マルトース水和物」と「D-マンニトール」若しくは  
10 「マルトース水和物」と「デキストリン」と「D-マンニト  
11 ール」の混合物で薄めてある。

12 性状 本品は白色~淡黄色の粉末である。

13 本品は水にわずかに混濁して溶け、エタノール(95)又はジ  
14 エチルエーテルにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品25mgを水100mLに溶かし、この液1mLに乳糖基  
17 質試液9mLを加え、30℃で10分間放置する。この液1mLに  
18 グルコース検出用試液6mLを加えて30℃で10分間放置する  
19 とき、液は赤色~赤紫色を呈する。

20 (2) 本品0.1gを水100mLに溶かし、必要ならば過する。  
21 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
22 ペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクト  
23 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに  
24 同様の強度の吸収を認める。

25 純度試験

26 (1) におい 本品は変敗したにおいが無い。

27 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
29 下)。

30 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
31 製し、試験を行う(2ppm以下)。

32 乾燥減量(2.41) 9.0%以下(0.5g, 減圧, 80℃, 4時間)。

33 強熱残分(2.44) 3%以下(0.5g)。

34 窒素含量 本品約70mgを精密に量り、窒素定量法(1.08)によ  
35 り試験を行うとき、窒素(N:14.01)の量は、換算した乾燥物  
36 に対し、0.5~5.0%である。

37 定量法

38 (i) 基質溶液 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラ  
39 ノシド0.172gをpH4.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸  
40 緩衝液に溶かし、100mLとする。

41 (ii) 操作法 本品約25mgを精密に量り、水に溶かし、正  
42 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて  
43 正確に50mLとし、試料溶液とする。基質溶液3.5mLを正確  
44 に量り、30±0.1℃で5分間放置した後、試料溶液0.5mLを  
45 正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を30±0.1℃で正確  
46 に10分間放置した後、炭酸ナトリウム試液1mLを正確に加  
47 え、直ちに振り混ぜる。この液につき、水を対照とし、紫外  
48 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長420nmに  
49 おける吸光度A<sub>1</sub>を測定する。別に基質溶液3.5mLを正確に  
50 量り、炭酸ナトリウム試液1mLを正確に加えて振り混ぜ、  
51 次に試料溶液0.5mLを正確に加えて振り混ぜる。以下同様に

52 操作して吸光度A<sub>2</sub>を測定する。

53 本品1g中の単位

54 
$$=(A_1 - A_2) / 0.917 \times 1 / 0.5 \times 1 / 10 \times 1 / M$$

55 0.917: 0-ニトロフェノール1μmol/5mLの吸光度

56 M: 試料溶液1mL中の本品の量(g)

57 単位: 上記の操作条件で1分間に2-ニトロフェニル-β  
58 -D-ガラクトピラノシド1μmolを加水分解する酵素量  
59 を、1単位とする。

60 貯法

61 保存条件 冷所に保存する。

62 容器 気密容器。

1 β-ガラクトシダーゼ(ペニシリウム)

1 β-ガラクトシダーゼ(ペニシリウム)

2 β-Galactosidase (Penicillium)

3 ペニシリウム産生ガラクトシダーゼ

4 [9031-11-2]

5 本品は*Penicillium multicolor*の産生する乳糖分解力がある  
6 酵素を含むものである。

7 本品は定量するとき、1g当たり8500~11500単位を含む。

8 本品は通例、D-マンニトールで薄めてある。

9 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末又は粉末である。

10 本品は水に混濁して溶け、エタノール(95)にほとんど溶け  
11 ない。

12 本品は吸湿性である。

13 確認試験

14 (1) 本品0.05gを水100mLに溶かし、この液0.2mLにペニ  
15 シリウム由来β-ガラクトシダーゼ用乳糖基質試液0.2mLを  
16 加えて、30℃で10分間放置する。これにペニシリウム由来  
17 β-ガラクトシダーゼ用グルコース検出用試液3mLを加え  
18 て30℃で10分間放置するとき、液は赤色~赤紫色を呈する。

19 (2) 本品0.15gを水100mLに溶かし、必要ならば過する。  
20 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
21 ペクトルを測定するとき、波長278~282nmに吸収の極大を  
22 示す。

23 純度試験

24 (1) におい 本品は変敗したにおいが無い。

25 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
27 下)。

28 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
29 製し、試験を行う(2ppm以下)。

30 (4) 窒素 本品約0.1gを精密に量り、窒素定量法(1.08)  
31 により試験を行うとき、表示された1000単位につき、窒素  
32 (N:14.01)の量は3mgを超えない。

33 (5) 混在たん白質 本品0.15gを水4mLに溶かし、試料溶  
34 液とする。試料溶液15μLにつき、次の条件で液体クロマト  
35 グラフィー(2.01)により試験を行い、各々のピークのピー  
36 ク面積を自動積分法により測定するとき、保持時間約19分  
37 のピーク以外のピークのピーク面積の合計は、全ピーク面積  
38 の75%以下であり、保持時間約19分のピーク、保持時間約3  
39 分のピーク及び保持時間約16分のピーク以外のピークのピ  
40 ーク面積は、それぞれ全ピーク面積の15%以下である。

41 操作条件

42 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

43 カラム：内径約7.5mm、長さ約75mmのステンレス管  
44 に10μmの親水性ポリマーにスルホプロピル基を結合  
45 した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂  
46 を充てんする。

47 カラム温度：20℃付近の一定温度

48 移動相：酢酸ナトリウム三水合物2.83gを水1000mLに  
49 溶かし、酢酸(100)を加え、pH4.5に調整した液(移動  
50 相A)及び塩化ナトリウム29.2gを移動相A 1000mLに  
51 溶かした液(移動相B)。

52 送液：毎分0.8mLで送液するとき、非保持たん白質の保  
53 持時間が約3分に、酵素たん白質の保持時間が約19分  
54 になるように、試料注入後直ちに移動相Aから移動相  
55 Bへの直線濃度勾配となるように送液し、その後は移  
56 動相Bを送液する。

57 カラムの選定：β-ラクトグロブリン15mgを水4.5mL  
58 に溶かし、シトシン溶液(1→5000)0.5mLを加え、カ  
59 ラム選定用溶液とする。カラム選定用溶液15μLにつ  
60 き、上記の条件で操作するとき、シトシン、β-ラク  
61 トグロブリンの順に溶出し、その分離度が4以上のもの  
62 を用いる。

63 検出感度：カラム選定用溶液15μLから得たβ-ラク  
64 トグロブリンのピーク高さが5~14cmになるように調  
65 整する。

66 面積測定範囲：β-ラクトグロブリンの保持時間の約  
67 1.4倍の範囲

68 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.5g、減圧、酸化リン(V)、4時  
69 間)。

70 強熱残分(2.44) 2%以下(1g)。

71 定量法

72 (i) 基質溶液 2-ニトロフェニルβ-D-ガラクトピラ  
73 ノシド0.603gをpH4.5のペニシリウム由来β-ガラクトシ  
74 ダーゼ用リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、  
75 100mLとする。

76 (ii) 操作法 本品約0.15gを精密に量り、水を加えてよく  
77 振り混ぜて溶かし、正確に100mLとし、室温で1時間放置す  
78 る。この液2mLを正確に量り、pH4.5のペニシリウム由来β  
79 -ガラクトシダーゼ用リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩  
80 衝液を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。試料溶  
81 液0.5mLを試験管に正確に量り、30±0.1℃で10分間保温し  
82 た後、あらかじめ30±0.1℃で保温しておいた基質溶液  
83 0.5mLを正確に加え、直ちに振り混ぜる。30±0.1℃で正確  
84 に10分間反応させた後、炭酸ナトリウム試液1mLを正確に  
85 加え、直ちに振り混ぜ反応を停止する。この液に水8mLを  
86 正確に加えて混和し、試料呈色液とする。別に、pH4.5のペ  
87 ニシリウム由来β-ガラクトシダーゼ用リン酸水素二ナトリ  
88 ウム・クエン酸緩衝液0.5mLを正確に量り、試料溶液と同様  
89 に操作し、空試験呈色液とする。試料呈色液及び空試験呈色  
90 液につき、水を対照として、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
91 により試験を行い、波長420nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_B$ を  
92 測定する。

93 本品1g中の単位= $1/M \times (A_T - A_B) / 0.459 \times 1/10$

94 0.459：o-ニトロフェノール1μmol/10mLの吸光度

95 M：試料溶液0.5mL中の本品の秤取量(g)

96 単位：上記の操作条件で1分間に2-ニトロフェニルβ  
97 -D-ガラクトピラノシド1μmolを加水分解する酵素量  
98 を1単位とする。

99 貯法 容器 気密容器。

## 1 カリジノゲナーゼ

## 2 Kallidinogenase

3 [9001-01-8]

4 本品は健康なブタの脾臓から得た酵素で、キニノーゲンを  
5 分解し、キニン遊離する作用がある。

6 本品は1mg中にカリジノゲナーゼ25単位以上を含む。

7 通例、「乳糖水和物」等で薄めてある。

8 本品は定量するとき、表示単位の90～110%を含む。

9 性状 本品は白色～淡褐色の粉末で、においはないか、又はわ  
10 ずかに特異なにおいがある。

11 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
12 テルにほとんど溶けない。

13 本品の水溶液(1→300)のpHは5.5～7.5である。

## 14 確認試験

15 (1) 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、  
16 pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、その1mL中に  
17 カリジノゲナーゼ10単位を含む溶液を調製する。この溶液  
18 5mLを正確に量り、これにトリプシンインヒビター試液  
19 1mLを正確に加え、更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液  
20 を加えて正確に10mLとする。この液4mLずつを正確に量り、  
21 別々の試験管に入れ、一方にはアプロチニン試液1mLを、  
22 他方にはpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液1mLをそれぞれ  
23 正確に加え、室温で20分間放置し、それぞれ試料溶液1及び  
24 2とする。別にトリプシンインヒビター試液1mLを正確に量り、  
25 これにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確  
26 に10mLとする。この液4mLずつを正確に量り、別々の試験  
27 管に入れ、一方にはアプロチニン試液1mLを、他方には  
28 pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液1mLをそれぞれ正確に加  
29 え、同様に室温で20分間放置し、それぞれ試料溶液3及び4  
30 とする。次にあらかじめ30.0±0.5℃で5分間加温したカリジ  
31 ノゲナーゼ測定用基質試液(1)2.5mLを正確に量り、層長  
32 1cmのセルに入れ、これに30.0±0.5℃で5分間加温した試料  
33 溶液1を正確に0.5mL加えると同時に秒時計を始動させ、  
34 30.0±0.5℃で水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
35 により試験を行い、正確に2分及び6分後の波長405nmにお  
36 ける吸光度 $A_{1-2}$ 及び $A_{1-6}$ を測定する。試料溶液2、3及び4に  
37 ついて同様に試験を行い、それぞれ吸光度 $A_{2-2}$ 、 $A_{2-6}$ 、 $A_{3-2}$ 、  
38  $A_{3-6}$ 、 $A_{4-2}$ 及び $A_{4-6}$ を測定する。次式により $I$ の値を求めると  
39 き、 $I$ の値は0.2より小さい。

$$40 \quad I = \frac{(A_{1-6} - A_{1-2}) - (A_{3-6} - A_{3-2})}{(A_{2-6} - A_{2-2}) - (A_{4-6} - A_{4-2})}$$

41 (2) あらかじめ30±0.5℃で5分間加温したカリジノゲナ  
42 ーゼ測定用基質試液(2)2.9mLを正確に量り、層長1cmのセ  
43 ルに入れ、これに定量法で得た試料溶液0.1mLを正確に加え  
44 ると同時に秒時計を始動させ、30.0±0.5℃で紫外可視吸光  
45 度測定法(2.24)により試験を行い、4～6分間、波長253nm  
46 における吸光度の変化を測定する。ただし、別にトリプシン  
47 インヒビター試液1mLを正確に量り、これにpH7.0の  
48 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする。こ  
49 の液0.1mLを正確に量り、あらかじめ30.0±0.5℃で5分間加

50 温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(2)2.9mLを正確に  
51 量ったものに加えた液を対照とする。その吸光度の変化率が  
52 一定であるとき、1分間当たりの吸光度の変化量 $A$ を算出す  
53 る。次式により $R$ の値を求めるとき、 $R$ の値は0.12～0.16で  
54 ある。

$$55 \quad R = A / 0.0383 \times 1 / (a \times b)$$

56  $a$ : 試料溶液1mL中の本品の量(mg)

57  $b$ : 定量法で得た本品1mg中のカリジノゲナーゼ単位数

58 比活性 本品につき、窒素定量法(1.08)により窒素含量を測  
59 定し、窒素(N: 14.01)1mgをたん白質6.25mgに換算し、定  
60 量法で得た単位数から比活性を求めるとき、たん白質1mg当  
61 たりカリジノゲナーゼ100単位以上である。

## 62 純度試験

63 (1) 脂肪 本品1.0gにジエチルエーテル20mLを加え、  
64 時々振り混ぜ30分間抽出した後、ろ過し、ジエチルエーテ  
65 ル10mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、ジエチルエーテル  
66 を蒸発し、残留物を105℃で2時間乾燥するとき、その量は  
67 1mg以下である。

68 (2) キニナーゼ

69 (i) ブラジキニン溶液 ブラジキニンの適量を取り、  
70 pH7.4のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし、その1mL中に  
71 ブラジキニン0.200µgを含む溶液を調製する。

72 (ii) カリジノゲナーゼ溶液 本品の表示単位に従い、その  
73 適量を精密に量り、pH7.4のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶  
74 かし、その1mL中にカリジノゲナーゼ1単位を含む溶液を調  
75 製する。

76 (iii) 試料溶液 ブラジキニン溶液0.5mLを正確に量り、30  
77 ±0.5℃で5分間加温し、あらかじめ30±0.5℃で5分間加温  
78 したカリジノゲナーゼ溶液0.5mLを正確に加え、直ちに振り  
79 混ぜる。この液を30.0±0.5℃で正確に150秒間放置した後、  
80 トリクロロ酢酸溶液(1→5)0.2mLを正確に加えて振り混ぜる。  
81 3分間煮沸し、直ちに氷冷した後、遠心分離し、室温で15分  
82 間放置する。上澄液0.5mLを正確に量り、pH8.0のゼラチ  
83 ン・トリス緩衝液0.5mLを正確に加えて振り混ぜる。この液  
84 0.1mLを正確に量り、トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩  
85 衝液0.9mLを正確に加えて振り混ぜ、更に0.2mLを正確に量  
86 り、トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液0.6mLを正確  
87 に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。

88 (iv) 対照溶液 pH7.4のゼラチン・リン酸塩緩衝液0.5mL  
89 につき(iii)と同様に操作して対照溶液とする。

90 (v) 操作法 96ウェルマイクロプレートの抗ウサギ抗体結  
91 合ウェルに抗ブラジキニン抗体試液0.1mLを加え、振り混ぜ  
92 た後、25℃付近の一定温度で1時間放置する。抗ブラジキ  
93 ニン抗体試液を除き、マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液  
94 0.3mLを加えて除く。これを3回繰り返し、液をよく除いた  
95 後、試料溶液及び対照溶液100µLとpH7.0のゼラチン・リン  
96 酸塩緩衝液50µLを加え、振り混ぜた後、25℃付近の一定温  
97 度で1時間放置する。次にペルオキシダーゼ標識ブラジキ  
98 ニン試液50µLを加え、振り混ぜた後、冷所で一晩放置する。  
99 反応液を除き、マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液  
100 0.3mLを加えて除く。これを4回繰り返し、液をよく除いた  
101 後、ペルオキシダーゼ測定用基質液100µLを加え、25℃付

2 カリジノゲナーゼ

102 近の一定温度で遮光して正確に30分間放置した後、薄めた  
103 硫酸(23→500)100μLを加え、振り混ぜた後、波長490～  
104 492nmにおける吸光度を測定する。別に、ブラジキニンの  
105 適量を取り、pH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし、  
106 その1mL中に正確に100ng, 25ng, 6.25ng, 1.56ng,  
107 0.39ng, 0.098ngを含むように調製し、それぞれ標準溶液(1)、  
108 標準溶液(2)、標準溶液(3)、標準溶液(4)、標準溶液(5)、標準  
109 溶液(6)とする。また、pH7.0のゼラチン・リン酸塩緩衝液  
110 1mLを標準溶液(7)とする。ウェルにそれぞれの標準溶液  
111 50μLとトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液100μLを  
112 加え、以下試料溶液及び対照溶液と同様に操作する。

113 標準溶液のブラジキニン量と吸光度から検量線を作成し、  
114 試料溶液及び対照溶液のブラジキニン量 $B_1$ (pg)及び $B_2$ (pg)を  
115 求める。

116 なお、この試験の吸光度測定には、通例、マイクロプレー  
117 ト用の分光光度計を用いる。ウェルが吸光度測定セルとな  
118 るので、汚れ、傷に注意する。また、層長はウェルの液量に  
119 よって変動するため、正確な一定量の液をウェルに加える。

120 (vi) 判定 次式により $R$ の値を求めるとき $R$ の値は0.8以上  
121 である。

$$122 \quad R = B_1 / B_2$$

123 (3) トリプシン様物質 定量法で得た試料原液4mLを正  
124 確に量り、これにトリプシンインヒビター試液1mLを正確  
125 に加え、更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正  
126 確に10mLとし、試料溶液とする。あらかじめ $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で5  
127 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(1)2.5mLを  
128 正確に量り、層長1cmのセルに入れ、これに $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で5分  
129 間加温した試料溶液0.5mLを正確に加えると同時に秒時計を  
130 始動させ、 $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で水を対照とし、紫外可視吸光度測定  
131 法(2.24)により試験を行い、正確に2分及び6分後の波長  
132 405nmにおける吸光度 $A_2$ 及び $A_6$ を測定する。別に試料原液  
133 4mLを正確に量り、これにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝  
134 液を加えて正確に10mLとし、比較液とする。比較液につき、  
135 試料溶液と同様に試験を行い、吸光度 $A'_2$ 及び $A'_6$ を測定する。  
136 次式により $T$ の値を求めるとき、 $T$ の値は0.05以下である。

$$137 \quad T = \{(A'_6 - A'_2) - (A_6 - A_2)\} / A'_6 - A'_2$$

138 (4) プロテアーゼ 本品の表示単位に従い、その適量を精  
139 密に量り、pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、そ  
140 の1mL中にカリジノゲナーゼ1単位を含む溶液を調製し、こ  
141 れを試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、試験管  
142 に入れ、 $35 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に5分間保つ。次にあらかじめ $35 \pm 0.5^\circ\text{C}$   
143 に加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液(3)5mLを正確  
144 に量り、試験管中の試料溶液に速やかに加え、 $35 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で  
145 正確に20分間反応させた後、トリクロロ酢酸試液5mLを正  
146 確に加えてよく振り混ぜ、室温で1時間放置し、メンブラン  
147 フィルター(孔径5μm)を用いてろ過する。初めのろ液3mLを  
148 除き、次のろ液につき、2時間以内に水を対照とし、紫外可  
149 視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長280nmにお  
150 ける吸光度 $A$ を測定する。別に試料溶液1mLを正確に量り、  
151 トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加えてよく振り混ぜた後、  
152 カリジノゲナーゼ測定用基質試液(3)5mLを正確に加えて、以  
153 下同様に操作して吸光度 $A_0$ を測定する。ここで得られた値

154 から $A-A_0$ を計算するとき、その値は0.2以下である。

155 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
156 間)。

157 強熱残分(2.44) 3%以下(0.5g, 650～750℃)。

158 キニン遊離活性試験

159 (i) カリジノゲナーゼ溶液 本品の表示単位に従い、その  
160 適量を精密に量り、pH8.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液に溶  
161 かし、その1mL中にカリジノゲナーゼ0.1単位を含む溶液を  
162 調製する。なお、本溶液の調製はガラス製器具を用いて行う。

163 (ii) 試料溶液 キニノーゲン試液0.5mLを正確に量り、 $30$   
164  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ で5分間加温し、あらかじめ $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で5分間加温  
165 したカリジノゲナーゼ溶液0.5mLを正確に加えて、直ちに振り  
166 混ぜる。この液を $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で正確に2分間放置した後、ト  
167 リクロロ酢酸溶液(1→5)0.2mLを正確に加えて振り混ぜる。  
168 3分間煮沸し、直ちに氷冷した後、遠心分離し、室温で15分  
169 間放置する。上澄液0.5mLを正確に量り、pH8.0のゼラチ  
170 ン・トリス緩衝液0.5mLを正確に加えて振り混ぜる。この液  
171 0.1mLを正確に量り、トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩  
172 衝液1.9mLを正確に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。

173 (iii) 操作法 試料溶液につき、純度試験(2)を準用して、1  
174 ウェル当たりのキニン量 $B$ (pg)を測定する。次式により本品  
175 1単位のキニン遊離活性を求めるとき、500ngブラジキニン  
176 等量/分/単位以上である。

$$177 \quad \text{本品1単位のキニン遊離活性}(\text{ngブラジキニン等量/分/単位}) \\ 178 \quad = B \times 4.8$$

179 定量法 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、  
180 pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、その1mL中に  
181 カリジノゲナーゼ約10単位を含む溶液を調製し、これを試  
182 料原液とする。試料原液4mLを正確に量り、これにトリプ  
183 シンインヒビター試液1mLを正確に加えて、更にpH7.0の  
184 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし、試料  
185 溶液とする。あらかじめ $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で5分間加温したカリジ  
186 ノゲナーゼ測定用基質試液(1)2.5mLを正確に量り、層長  
187 1cmのセルに入れ、これに $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で5分間加温した試料溶  
188 液0.5mLを正確に加えると同時に秒時計を始動させ、 $30 \pm$   
189  $0.5^\circ\text{C}$ で水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
190 試験を行い、正確に2分及び6分後の波長405nmにおける吸  
191 光度 $A_{T2}$ 及び $A_{T6}$ を測定する。別にカリジノゲナーゼ標準品を  
192 pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、1mL中に正確  
193 に10単位を含む液を調製し、標準原液とする。標準原液  
194 4mLを正確に量り、これにトリプシンインヒビター試液  
195 1mLを正確に加えて、更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液  
196 を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。標準溶液  
197 0.5mLを正確に量り、試料溶液と同様に試験を行い、正確に  
198 2分及び6分後の吸光度 $A_{S2}$ 及び $A_{S6}$ を測定する。別にトリプ  
199 シンインヒビター試液1mLを正確に量り、これにpH7.0の  
200 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする。こ  
201 の液0.5mLを正確に量り、試料溶液と同様に試験を行い、正  
202 確に2分及び6分後の吸光度 $A_{O2}$ 及び $A_{O6}$ を測定する。

203 本品1mg中のカリジノゲナーゼ単位数

$$204 \quad = \frac{(A_{T6} - A_{T2}) - (A_{O6} - A_{O2})}{(A_{S6} - A_{S2}) - (A_{O6} - A_{O2})} \times \frac{M_S}{a} \times \frac{1}{b}$$

### 3 カリジノゲナーゼ

205  $M_s$ : カリジノゲナーゼ標準品の秤取量(単位)

206  $a$ : 標準原液の容量(mL)

207  $b$ : 試料原液1mL中の本品の量(mg)

208 貯法 容器 気密容器.

1 カリ石ケン

1 カリ石ケン

2 Potash Soap

3 本品は定量するとき、脂肪酸として40.0%以上を含む。

4 製法

植物油	470mL
水酸化カリウム	適量
常水、精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

5 けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」、「精  
6 製水」又は「精製水(容器入り)」適量を加えて溶かし、この  
7 液をあらかじめ加温した植物油に加え、必要ならば「エタノ  
8 ール」適量を添加し、よくかき混ぜながら水浴中で加熱して  
9 けん化を続ける。けん化が完了した後、適量の「常水」、  
10 「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて全量を1000g  
11 として製する。

12 性状 本品は黄褐色透明粘滑の軟塊で、特異なおいがある。

13 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすい。

14 純度試験 ケイ酸又はアルカリ 本品10gをエタノール  
15 (95)30mLに溶かし、1mol/L塩酸0.50mLを加えるとき、液  
16 は混濁しない。この液にフェノールフタレイン試液1滴を加  
17 えるとき、液は赤色を呈しない。

18 定量法 本品約5gを精密に量り、熱湯100mLに溶かし、分液  
19 漏斗に入れ、希硫酸を加えて酸性とし、冷後、ジエチルエー  
20 テル50mL、40mL及び30mLを用いて順次抽出する。抽出  
21 液を合わせ、洗液が酸性を呈しなくなるまで水10mLずつで  
22 洗った後、ジエチルエーテル液を質量既知のフラスコに入れ、  
23 水浴上でなるべく低温でジエチルエーテルを蒸発して除き、  
24 残留物を80℃で恒量になるまで乾燥し、質量を量り、脂肪  
25 酸の量とする。

26 貯法 容器 気密容器。

1 カルシトニン(サケ)

1 カルシトニン(サケ)

2 Calcitonin(Salmon)

3 サケカルシトニン(合成)

4  $\text{CSNLSLTCVLG KLSQELHKLQ TYPRTNTGSG TP-NH}_2$

5  $\text{C}_{145}\text{H}_{240}\text{N}_{44}\text{O}_{48}\text{S}_2$  : 3431.85

6 [47931-85-1]

7 本品は、合成された32個のアミノ酸残基からなるポリペ  
8 プチドである。本品は、ホルモンで血中カルシウム濃度低下  
9 作用を有する。

10 本品は定量するとき、ペプチド1mg当たりカルシトニン  
11 (サケ)4000単位以上を含む。

12 性状 本品は白色の粉末である。

13 本品は水に溶けやすい。

14 本品は希酢酸に溶ける。

15 本品20mgを水2mLに溶かした液のpHは5.0~7.0である。

16 本品は吸湿性である。

17 確認試験 本品1mgを希酢酸1mLに溶かした液につき、紫外  
18 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
20 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
21 認める。

22 吸光度(2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(275\text{nm})$  : 3.3~4.0(1mg, 希酢酸, 1mL)

23 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -24~-32(25mg, 薄めた酢酸  
24 (100)(1→2), 10mL, 100mm)。

25 構成アミノ酸 本品約1mgを精密に量り、加水分解用試験管に  
26 入れ、薄めた塩酸(1→2)0.5mLに溶かし、ドライアイス・ア  
27 セトン浴で凍結し、減圧下密封した後、110±2°Cで24時間  
28 加熱する。冷後、開封し、加水分解液を減圧下で蒸発乾固し、  
29 残留物に0.02mol/L塩酸試液5mLを正確に加えて溶かし、試  
30 料溶液とする。別にL-アスパラギン酸約27mg, L-トレオ  
31 ニン約24mg, L-セリン約21mg, L-グルタミン酸約29mg,  
32 L-プロリン約23mg, グリシン約15mg, L-アラニン約  
33 18mg, L-バリン約23mg, L-シスチン約48mg, メチオニ  
34 ン約30mg, L-イソロイシン約26mg, L-ロイシン約26mg,  
35 L-チロジン約36mg, フェニルアラニン約33mg, 塩酸L-  
36 リジン約37mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物約42mg及び  
37 塩酸L-アルギニン約42mgを精密に量り、1mol/L塩酸試液  
38 10mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この液  
39 5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に  
40 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
41 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
42 (2.01)により試験を行うとき、試料溶液から得たクロマト  
43 グラムには13種のアミノ酸のピークを認める。また、ロイ  
44 シンの値を5としてモル比を求めるとき、リジンは1.9~2.3,  
45 ヒスチジンは0.8~1.1, アルギニンは0.9~1.1, アスパラギ  
46 ン酸は1.9~2.1, トレオニンは4.5~4.9, セリンは3.2~3.8,  
47 グルタミン酸は2.8~3.1, プロリンは1.9~2.4, グリシンは  
48 2.7~3.3, 1/2シスチンは1.5~2.5, バリンは0.9~1.0及び  
49 チロジンは0.8~1.0である。

50 試験条件

51 検出器 : 可視吸光光度計(測定波長 : 440nm及び  
52 570nm)

53 カラム : 内径4.6mm, 長さ6cmのステンレス管に3μm  
54 のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマ  
55 トグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(ナトリウム型)  
56 を充てんする。

57 カラム温度 : 57°C付近の一定温度

58 化学反応槽温度 : 130°C付近の一定温度

59 発色時間 : 約1分

60 移動相 : 移動相A, 移動相B, 移動相C, 移動相D及び移  
61 動相Eを次の表に従って調製する。

	移動相 A	移動相 B	移動相 C	移動相 D	移動相 E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	—
クエン酸三ナトリウ ム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	—
水酸化ナトリウム	—	—	—	—	8.00g
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	—
エタノール(99.5)	130.0mL	20.0mL	4.0mL	—	100.0mL
ベンジルアルコール	—	—	—	5.0mL	—
チオジグリコール	5.0mL	5.0mL	5.0mL	—	—
ラウロマクロゴール 溶液(1→4)	4.0mL	4.0mL	4.0mL	4.0mL	4.0mL
カプリル酸	0.1mL	0.1mL	0.1mL	0.1mL	0.1mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	2000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

62 移動相の送液 : 移動相A, 移動相B, 移動相C, 移動相D  
63 及び移動相Eの混合比を次のように変えて濃度勾配制  
64 御する。

注入後の 時間(分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)	移動相 C (vol%)	移動相 D (vol%)	移動相 E (vol%)
0 ~ 1.5	100	0	0	0	0
1.5 ~ 4	0	100	0	0	0
4 ~ 12	0	0	100	0	0
12 ~ 26	0	0	0	100	0
26 ~ 30	0	0	0	0	100

65 反応試薬 : 酢酸リチウム二水和物 407g, 酢酸  
66 (100)245mL及び1-メトキシ-2-プロパノール  
67 801mLを混和した後、水を加えて2000mLとし、窒  
68 素を10分間通じながらかき混ぜ、A液とする。別に1  
69 -メトキシ-2-プロパノール1957mLに、ニンヒド  
70 リン77g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134gを加え、  
71 窒素を30分間通じながらかき混ぜ、B液とする。A液  
72 及びB液を用時混和する。

73 移動相流量 : 毎分約0.4mL

74 反応試薬流量 : 毎分約0.35mL

75 システム適合性

76 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
77 操作するとき、アスパラギン酸, トレオニン, セリン,  
78 グルタミン酸, プロリン, グリシン, アラニン, シス  
79 チン, バリン, メチオニン, イソロイシン, ロイシン,  
80 チロジン, フェニルアラニン, リジン, ヒスチジン,  
81 アルギニンの順に溶出し、トレオニンとセリン, グリ  
82 シンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度  
83 はそれぞれ1.2, 1.0及び1.2以上である。

2 カルシトニン(サケ)

84 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
85 で試験を3回繰り返すとき、アスパラギン酸、プロリン  
86 ン、バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準  
87 偏差はそれぞれ2.0%以下である。  
88 ペプチド含量 本品は構成アミノ酸の項で得たアミノ酸分析値  
89 ( $\mu$ mol/mL)から次式によりペプチド含量を求めるとき、  
90 80.0%以上である。  
91 ペプチド含量(%)=3431.85  $\times$  5/ $M \times A$ /11  $\times$  100  
92  $A$ : バリン、ロイシン、グリシン及びプロリンのアミノ酸  
93 分析値の合計( $\mu$ mol/mL)  
94  $M$ : 本品の秤取量( $\mu$ g)  
95 11: カルシトニン(サケ)1分子当たりのバリン、ロイシン、  
96 グリシン及びプロリンの理論残基数の合計

97 純度試験

98 (1) 酢酸 本品約10mgを精密に量り、水に溶かし、正確  
99 に10mLとし、試料溶液とする。別に酢酸(100)約1gを精密  
100 に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを  
101 正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。  
102 試料溶液及び標準溶液100 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件  
103 で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それ  
104 ぞれの液の酢酸のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定し、次式に  
105 より酢酸の量を求めるとき、酢酸の量は7.0%以下である。

106 酢酸( $CH_3COOH$ )の量(%)= $M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/10$

107  $M_S$ : 酢酸(100)の秤取量(mg)  
108  $M_T$ : 本品の秤取量(mg)

109 試験条件

110 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)  
111 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
112 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
113 リカゲルを充てんする。  
114 カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
115 移動相A：リン酸0.7mLに水900mLを加え、8mol/L水  
116 酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整した後、水  
117 を加えて1000mLとする。  
118 移動相B：メタノール  
119 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
120 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 5	95	5
5 ~ 10	95 $\rightarrow$ 50	5 $\rightarrow$ 50
10 ~ 20	50	50
20 ~ 22	50 $\rightarrow$ 95	50 $\rightarrow$ 5
22 ~ 30	95	5

121 流量：酢酸の保持時間が約4分になるように調整する。  
122 システム適合性  
123 システムの性能：標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
124 操作するとき、酢酸のピークの理論段数及びシンメト  
125 リー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。  
126 システムの再現性：標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
127 で試験を6回繰り返すとき、酢酸のピーク面積の相対

標準偏差は2.0%以下である。  
(2) 類縁物質 本品2mgを希酢酸2mLに溶かし、試料溶  
液とする。この液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグ  
ラフィー (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピー  
ク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれ  
らの量を求めるとき、カルシトニン(サケ)以外のピークの合  
計面積は3%以下である。

135 試験条件

136 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)  
137 カラム：内径3.9mm、長さ30cmのステンレス管に  
138 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
139 ル化シリカゲルを充てんする。  
140 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
141 移動相：pH3.0の1%トリエチルアミン・リン酸緩衝液  
142 /アセトニトリル混液(27:13)  
143 流量：カルシトニン(サケ)の保持時間が約9分になるよ  
144 うに調整する。

145 面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルシトニン(サ  
146 ケ)の保持時間の約2倍の範囲

147 システム適合性

148 検出の確認：試料溶液1mLに移動相を加えて100mLと  
149 し、システム適合性試験用溶液とする。システム適合  
150 性試験用溶液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
151 確に10mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たカルシトニ  
152 ン(サケ)のピーク面積が、システム適合性試験用溶液  
153 のカルシトニン(サケ)のピーク面積の5~15%になる  
154 ことを確認する。

155 システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル5mg及びパ  
156 ラオキシ安息香酸エチル7mgをアセトニトリル  
157 100mLに溶かす。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
158 操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、パラオキ  
159 シ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度は5以上  
160 である。

161 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 $\mu$ Lに  
162 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、カルシ  
163 トニン(サケ)のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以  
164 下である。

165 (3) 残留溶媒 別に規定する。

166 水分 (2.48) 10.0%以下(5mg, 電量滴定法)。

167 定量法

168 (i) 試験動物 体重55~180gの栄養状態の良い健康なシロ  
169 ネズミを用いる。ただし、試験前24時間絶食し、水を自由  
170 摂取させる。

171 (ii) 標準溶液 カルシトニン(サケ)標準品を0.1%ウシ血清  
172 アルブミン含有酢酸緩衝液に溶かし、1mL中に正確に0.050  
173 及び0.025単位を含む溶液とし、それぞれ高用量標準溶液 $S_H$   
174 及び低用量標準溶液 $S_L$ とする。

175 (iii) 試料溶液 本品の表示単位に従いその適量を精密に量  
176 り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等  
177 容量中に含むように0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝  
178 液に溶かし、それぞれ高用量試料溶液 $T_H$ 及び低用量試料溶  
179 液 $T_L$ とする。

180 (iv) 注射量 試験動物 1匹当たり0.3mLを注射する。

181 (v) 操作法 試験動物を1群8匹以上で、各群同数のA, B,



3 カルシトニン(サケ)

182 C及びD群に無作為に分け、各群にそれぞれS<sub>H</sub>, S<sub>L</sub>, T<sub>H</sub>及び  
 183 T<sub>L</sub>を各試験動物の尾静脈又は頸背部皮下に注射する。1時間  
 184 後、できる限り苦痛を与えない方法で腹部大動脈から採血し、  
 185 その血液を常温で約30分間放置した後、毎分3000回転で10  
 186 分間遠心分離して血清を得る。  
 187 (vi) 血清カルシウム定量法 血清0.1mLを正確に量り、ス  
 188 トロンチウム試液6.9mLを正確に加え、よく振り混ぜ、カル  
 189 シウム定量用試料溶液とする。別に原子吸光度用カルシウ  
 190 ム標準液適量を正確に量り、ストロンチウム試液に溶かし、  
 191 その1mL中にカルシウム(Ca: 40.08)0.2~3μgを含むように  
 192 薄め、カルシウム定量用標準溶液とする。カルシウム定量用  
 193 試料溶液及びカルシウム定量用標準溶液につき、次の条件で  
 194 原子吸光度法 (2.23) により試験を行い、カルシウム定量  
 195 用標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてカルシウム定量  
 196 用試料溶液のカルシウム含量を求める。

197 血清100mL中のカルシウム(Ca)の量(mg)  
 198 =カルシウム定量用試料溶液のカルシウム含量(ppm)×7

199 使用ガス:

200 可燃性ガス アセチレン

201 支燃性ガス 空気

202 ランプ: カルシウム中空陰極ランプ

203 波長: 422.7nm

204 (vii) 計算式 S<sub>H</sub>, S<sub>L</sub>, T<sub>H</sub>及びT<sub>L</sub>注射群の各血清カルシウ  
 205 ム値をそれぞれ $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ とする。更に各群の $y_1, y_2,$   
 206  $y_3$ 及び $y_4$ をそれぞれ合計して $Y_1, Y_2, Y_3$ 及び $Y_4$ とする。

207 本品のペプチド1mg中の単位数(単位/mgペプチド)

208 =antilog  $M \times b/a \times 1/c \times 5$

209  $M=0.3010 \times (Y_a/Y_b)$

210  $Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$

211  $Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$

212  $a$ : 本品の秤取量(mg)

213  $b$ : 本品に0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加え  
 214 て溶かし、高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

215  $c$ : ペプチド含量(%)

216 ただし、次式によって計算される $F'$ は $s^2$ を計算したとき  
 217 の $n$ に対する $F_1$ より小さい。また、次式によって $L$  ( $P=$   
 218  $0.95$ )を計算するとき、 $L$ は0.20以下である。もし、 $F'$ が  
 219  $F_1$ を、また $L$ が0.20を超えるときは、この値以下になるま  
 220 で試験動物の数を増加し、又は実験条件を整備して試験を  
 221 繰り返す。

222  $F' = (-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2 / 4fs^2$

223  $f$ : 各群の試験動物の数

224  $s^2 = \sum y^2 - (Y/f) / n$

225  $\sum y^2$ : 各群の $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ をそれぞれ2乗し、合計し  
 226 た値

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

228  $n = 4(f-1)$

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

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

231  $f^2: s^2$ を計算したときの $n$ に対する次の表の値

$n$	$f^2 = F_1$	$n$	$f^2 = F_1$	$n$	$f^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	$\infty$	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

232 貯法

233 保存条件 遮光して、10℃以下で保存する。

234 容器 密封容器。

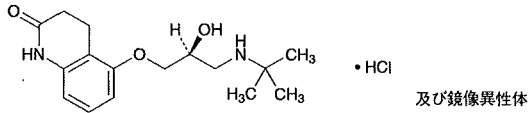
1 カルテオロール塩酸塩

1 カルテオロール塩酸塩

2 Carteolol Hydrochloride

3 塩酸カルテオロール

4



5  $C_{16}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$  : 328.83

6 5-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-

7 2-hydroxypropoxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one

8 monohydrochloride

9 [51781-21-6]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、カルテオロール塩酸  
11 塩( $C_{16}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、  
14 エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けにくく、ジエチ  
15 ルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0~6.0である。

17 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

18 融点：約277°C(分解)。

19 確認試験

20 (1) 本品0.1gを水5mLに溶かし、ライネック塩試液5滴を  
21 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

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

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

30 (4) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
31 する。

32 純度試験

33 (1) 溶状 本品1.0gを水30mLに溶かすとき、液は無色澄  
34 明である。

35 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
37 下)。

38 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 (4) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、  
41 試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、メタノールを  
42 加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、メ  
43 タノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これ  
44 らの液につき、薄層クロマトグラフィ(2.03)により試験  
45 を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグ  
46 ラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板  
47 にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/アンモニ  
48 ア水(28)混液(50 : 20 : 1)を展開溶媒として約12cm展開した

49 後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射  
50 するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
51 標準溶液から得たスポットより濃くない。

52 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

53 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
55 (100)30mLを加え、水浴上で加温して溶かす。冷後、無水  
56 酢酸70mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電  
57 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

58 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.88mg  $C_{16}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$

59 貯法 容器 密閉容器。

1 カルナウバロウ

1 カルナウバロウ

2 Carnauba Wax

3 CERA CARNAUBA

4 本品はカルナウバヤシ *Copernicia cerifera* Mart (*Palmae*)

5 の葉から得たろうである。

6 性状 本品は淡黄色～淡褐色の堅くてもろい塊又は白色～淡黄

7 色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味はほとんどな

8 い。

9 本品は水、エタノール(95)、ジエチルエーテル又はキシレ

10 ンにほとんど溶けない。

11 比重  $d_{20}^{20}$ : 0.990～1.002

12 融点: 80～86°C

13 酸価 (1.13) 10.0以下。ただし、溶媒としてキシレン/エタ

14 ノール(95)混液(2:1)を用いる。

15 けん化価 (1.13) 78～95本品約3gを精密に量り、300mLのフ

16 ラスコに入れ、キシレン25mLを加え、加温して溶かし、エ

17 タノール(95)50mL及び正確に0.5mol/L水酸化カリウム・エ

18 タノール液25mLを加え、以下けん化価の試験を行う。ただ

19 し、加熱は2時間とし、また、滴定は温時行う。

20 ヨウ素価 (1.13) 5～14(試料は、共栓フラスコを温湯中で振

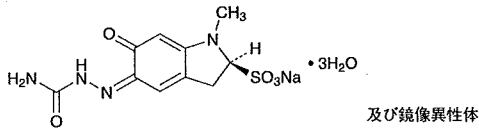
21 り混ぜて溶かす)

22 貯法 容器 密閉容器。

1 カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水  
2 和物

3 Carbazochrome Sodium Sulfonate Hydrate

4 カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム



6  $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$  : 376.32

7 Monosodium(2*RS*)-1-methyl-6-oxo-5-semicarbazono-

8 2,3,5,6-tetrahydroindole-2-sulfonate trihydrate

9 [51460-26-5, 無水物]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、カルバゾク  
11 ロムスルホン酸ナトリウム( $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$  : 322.27)98.0~  
12 102.0%を含む。

13 性状 本品はだいたい黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品は水にやや溶けにくく、メタノール又はエタノール  
15 (95)に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶け  
16 ない。

17 本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない。

18 融点 : 約210°C(分解)。

19 確認試験

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

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

28 (3) 本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1)  
29 (1.09)を呈する。

30 pH (2.54) 本品0.8gを水50mLに加温して溶かし、冷却した  
31 液のpHは5.0~6.0である。

32 純度試験

33 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに加温して溶かし、放冷す  
34 るとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸  
35 光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長590nmにお  
36 ける吸光度は0.070以下である。

37 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
39 下)。

40 (3) 類縁物質 本品50mgを水100mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に  
42 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
43 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
44 (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
45 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のカルバゾク  
46 ロムスルホン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のカルバ  
47 ゾクロムスルホン酸のピーク面積より大きくない。

48 試験条件

49 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 360nm)

50 カラム : 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に7μm  
51 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
52 リカゲルを充てんする。

53 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

54 移動相 : リン酸二水素アンモニウム1.2gを水1000mLに  
55 溶かし、必要ならば孔径0.4μmのメンブランフィルタ  
56 ーを用いてろ過する。この液925mLにエタノール  
57 (95)75mLを加えて振り混ぜた後、リン酸を加えて  
58 pH3に調整する。

59 流量 : カルバゾクロムスルホン酸の保持時間が約7分にな  
60 るように調整する。

61 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からカルバゾクロムス  
62 ルホン酸の保持時間の約3倍の範囲

63 システム適合性

64 検出の確認 : 標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
65 えて正確に20mLとする。この液10μLから得たカル  
66 バゾクロムスルホン酸のピーク面積が、標準溶液のカル  
67 バゾクロムスルホン酸のピーク面積の7~13%にな  
68 ることを確認する。

69 システムの性能 : 本品及びカルバゾクロム10mgずつを  
70 水100mLに加温して溶かし、この液10μLにつき、上  
71 記の条件で操作するとき、カルバゾクロムスルホン酸、  
72 カルバゾクロムの順に溶出し、その分離度は3以上で  
73 ある。

74 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、カルバゾクロムスルホン  
76 酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 水分 (2.48) 13.0~16.0%(0.3g、容量滴定法、直接滴定)。

78 定量法 本品約0.25gを精密に量り、水50mLに溶かし、あら  
79 じめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂  
80 (H型)20mLを用いて調製した直径10mmのカラムに入れ、1  
81 分間に4mLの流速で流出させる。次に、水150mLでカラム  
82 を洗い、洗液は先の流出液に合わせ、0.05mol/L水酸化ナト  
83 リウム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空  
84 試験を行い、補正する。

85 0.05mol/L水酸化ナトリウム液1mL

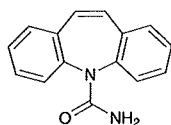
86 =16.11mg  $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$

87 貯法 容器 密閉容器。

# 1 カルバマゼピン

## 1 カルバマゼピン

### 2 Carbamazepine



4  $C_{15}H_{12}N_2O$  : 236.27

5 5H-Dibenzo[b,f]azepine-5-carboxamide

6 [298-46-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、カルバマゼピン  
8 ( $C_{15}H_{12}N_2O$ )97.0~103.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄白色の粉末で、においはなく、味は初  
10 めないが、後にわずかに苦い。

11 本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノール(95)又はア  
12 セトンにやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて  
13 溶けにくい。

#### 14 確認試験

15 (1) 本品0.1gに硝酸2mLを加え、水浴上で3分間加熱する  
16 とき、液はだいたい赤色を呈する。

17 (2) 本品0.1gに硫酸2mLを加え、水浴上で3分間加熱する  
18 とき、液は黄色を呈し、緑色の蛍光を發する。

19 (3) 本品に紫外線を照射するとき、強い青色の蛍光を發す  
20 る。

21 (4) 定量法で得た液につき、紫外可視吸光度測定法  
22 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
23 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
24 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

25 融点 (2.60) 189~193°C

#### 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品1.0gをクロロホルム10mLに溶かすとき、  
28 液は無色~微黄色澄明である。

29 (2) 酸 本品2.0gに水40mLを正確に加え、15分間よく振  
30 り混ぜた後、ガラスろ過器(G3)でろ過する。ろ液10mLを正  
31 確に量り、フェノールフタレイン試液1滴及び0.01mol/L水  
32 酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき、液の色は赤色であ  
33 る。

34 (3) アルカリ (2)のろ液10mLを正確に量り、メチルレッ  
35 ト試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.50mLを加えるとき、液の色  
36 は赤色である。

37 (4) 塩化物 (1.03) 本品0.25gをアセトン30mLに溶かし、  
38 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
39 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.20mLにアセトン  
40 30mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.028%以  
41 下)。

42 (5) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
44 下)。

45 (6) 類縁物質 本品0.25gをとり、クロロホルム10mLを  
46 正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にイミノジベンジ  
47 ル5.0mgをとり、クロロホルムに溶かし、正確に100mLと  
48 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ

49 フィー (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
50 10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィ用シリカゲルを用いて  
51 調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/メタノール  
52 混液(19:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
53 風乾する。これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴  
54 霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
55 標準溶液から得たスポットより濃くない。

56 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

57 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約50mgを精密に量り、エタノール  
59 (95)に溶かし、正確に250mLとする。この液5mLを正確  
60 に量り、エタノール(95)を加えて正確に100mLとする。こ  
61 の液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行  
62 い、波長285nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測  
63 定する。

64 カルバマゼピン( $C_{15}H_{12}N_2O$ )の量(mg)= $A/490 \times 50000$

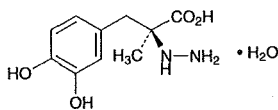
65 貯法 容器 気密容器。

1 カルビドパ水和物

1 カルビドパ水和物

2 Carbidopa Hydrate

3 カルビドパ



5 C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O : 244.24

6 (2S)-2-(3,4-Dihydroxybenzyl)-2-hydrazinopropanoic

7 acid monohydrate

8 [38821-49-7]

9 本品は定量するとき、カルビドパ水和物(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

12 本品はメタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 融点：約197℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gを塩酸のメタノール溶液(9→1000)250mLに溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルビドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

28 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>：-21.0～-23.5°(1g, 塩化アルミニウム(III)試液, 100mL, 100mm)。

30 純度試験

31 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

34 (2) 類縁物質 本品50mgに移動相70mLを加え、必要ならば加温して超音波を用いて溶かす。冷後、移動相を加えて100mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のカルビドパ以外のピークの合計面積は、標準溶液のカルビドパのピーク面積より大きくない。

43 試験条件

44 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

46 面積測定範囲：カルビドパの保持時間の約3倍の範囲

47 システム適合性

48 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ

49 ム適合性を準用する。

50 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mLとする。この液20μLから得たカルビドパのピーク面積が、標準溶液のカルビドパのピーク面積の7～13%になることを確認する。

54 乾燥減量(2.41) 6.9～7.9%(1g, 減圧・0.67kPa以下, 100℃, 6時間)。

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品及びカルビドパ標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約50mgずつを精密に量り、それぞれに移動相70mLを加え、必要ならば加温して超音波を用いて溶かす。冷後、移動相を加えて正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のカルビドパのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

65 カルビドパ水和物(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
66 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub> × 1.080

67 M<sub>S</sub>：乾燥物に換算したカルビドパ標準品の秤取量(mg)

68 試験条件

69 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

70 カラム：内径4mm, 長さ25cmのステンレス管に7μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

73 カラム温度：25℃付近の一定温度

74 移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液950mLにエタノール(95)50mLを加え、リン酸を加えてpH2.7に調整する。

77 流量：カルビドパの保持時間が約6分になるように調整する。

79 システム適合性

80 システムの性能：本品及びメチルドパ50mgずつを移動相100mLに溶かす。この液20μLにつき、上記の条件で操作するとき、メチルドパ、カルビドパの順に溶出し、その分離度は0.9以上である。

84 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、カルビドパのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

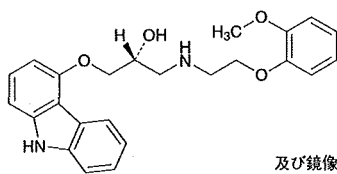
87 貯法

88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 気密容器。

1 カルベジロール

2 Carvedilol



3 及び鏡像異性体

4  $C_{24}H_{26}N_2O_4$  : 406.47

5 (2*RS*)-1-(9*H*-Carbazol-4-yloxy)-3-{[2-(2-methoxyphenoxy)

6 ethyl]amino}propan-2-ol

7 [72956-09-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、カルベジロール  
9 ( $C_{24}H_{26}N_2O_4$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けに  
12 くく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶けな  
13 い。

14 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→200000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
19 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
20 る。

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

25 融点(2.60) 114~119°C

26 純度試験

27 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、定量分析用ろ紙に  
28 包み、第4法により操作し、試験を行う。比較液はるつばに  
29 定量分析用ろ紙を入れ、硝酸マグネシウム六水和物のエタノ  
30 ール(95)溶液(1→10)10mLを加え、以下検液の調製法と同様  
31 に操作し、鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする  
32 (10ppm以下)。

33 (2) 類縁物質 本品65mgを移動相100mLに溶かす。この  
34 液1mLを量り、移動相を加えて10mLとし、試料溶液とする。  
35 この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLと  
36 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正  
37 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
38 り試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分  
39 法により測定するとき、試料溶液のカルベジロール以外のピー  
40 クの面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3  
41 /20より大きくない。また、試料溶液のカルベジロール以  
42 外のピークの合計面積は、標準溶液のカルベジロールのピー  
43 ク面積の1/2より大きくない。

44 試験条件

45 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm

47 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
48 ゲルを充てんする。

49 カラム温度：55°C付近の一定温度

50 移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水900mLに溶か  
51 し、リン酸を加えてpH2.0に調整し、水を加えて  
52 1000mLとする。この液650mLにアセトニトリル  
53 350mLを加える。

54 流量：カルベジロールの保持時間が約4分になるように  
55 調整する。

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後から、カルベジロール  
57 の保持時間の約9倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
60 えて正確に20mLとする。この液20μLから得たカル  
61 ベジロールのピーク面積が、標準溶液のカルベジロー  
62 ルのピーク面積の7~13%になることを確認する。

63 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
64 操作するとき、カルベジロールのピークの理論段数及  
65 びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以  
66 下である。

67 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
68 で試験を6回繰り返すとき、カルベジロールのピーク  
69 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 (3) 残留溶媒 別に規定する。

71 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

73 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
74 (100)60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
75 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

76 0.1mol/L過塩素酸1mL=40.65mg  $C_{24}H_{26}N_2O_4$

77 貯法 容器 気密容器。

# 1 カルベジロール錠

## 1 カルベジロール錠

### 2 Carvedilol Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 カルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 406.47)を含む。

5 製法 本品は「カルベジロール」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「カルベジロー  
8 ル」20mgに対応する量を取り、メタノール10mLを加えて  
9 よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液0.5mLにメタノールを加  
10 えて200mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)  
11 により吸収スペクトルを測定するとき、波長222~226nm,  
12 241~245nm, 284~288nm, 317~321nm及び330~  
13 334nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験 類縁物質 本操作は試料溶液調製後、5°C以下に保  
15 存し、24時間以内に行う。本品を粉末とし、表示量に従い  
16 「カルベジロール」12.5mgに対応する量を取り、必要なら  
17 ば少量の移動相を加え、超音波処理により分散させた後、移  
18 動相を加えて100mLとし、30分間かき混ぜる。この液を孔  
19 径0.22µm以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ  
20 液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液1mLを  
21 正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液  
22 とする。試料溶液及び標準溶液50µLずつを正確にとり、次  
23 の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。  
24 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
25 るとき、1.25mg錠及び2.5mg錠の試料溶液のカルベジロー  
26 ルに対する相対保持時間1.7~1.9及び2.0~3.1のピーク面積  
27 は、それぞれ標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3/  
28 10及び1.6倍より大きくなく、試料溶液のカルベジロール及  
29 び上記以外のピークの面積は、標準溶液のカルベジロールの  
30 ピーク面積の1/5より大きくない。また、試料溶液のカル  
31 ベジロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のカルベジ  
32 ロールのピーク面積の2.2倍より大きくない。また、10mg錠  
33 及び20mg錠の試料溶液のカルベジロールに対する相対保持  
34 時間1.7~1.9及び2.0~3.1のピーク面積は、標準溶液のカル  
35 ベジロールのピーク面積の1/10及び2/5より大きくなく、  
36 試料溶液のカルベジロール及び上記以外のピークの面積は、  
37 標準溶液のカルベジロールのピーク面積の1/10より大きく  
38 ない。また、試料溶液のカルベジロール以外のピークの合計  
39 面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の3/5よ  
40 り大きくない。ただし、カルベジロールに対する相対保持時  
41 間1.7~1.9のピーク面積は感度係数1.25を乗じた値とする。

#### 42 試験条件

43 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
44 の試験条件を準用する。

45 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からカルベジロールの  
46 保持時間の約10倍の範囲

#### 47 システム適合性

48 検出の確認: 標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
49 えて正確に100mLとする。この液50µLから得たカル  
50 ベジロールのピーク面積が、標準溶液のカルベジロー  
51 ルのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

52 システムの性能: 標準溶液50µLにつき、上記の条件で

53 操作するとき、カルベジロールのピークの理論段数及  
54 びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以  
55 下である。

56 システムの再現性: 標準溶液50µLにつき、上記の条件  
57 で試験を6回繰り返すとき、カルベジロールのピーク  
58 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

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

61 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(1:  
62 1)70mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまで振り混ぜる。次  
63 に0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(1:1)を加えて正確に  
64 100mLとし、孔径0.45µm以下のメンブランフィルターでろ  
65 過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に  
66 量り、1mL中にカルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約5µgを含む液  
67 となるように0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(1:1)を加  
68 え、正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用カル  
69 ベジロールを105°Cで2時間乾燥し、その約25mgを精密に量  
70 り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(1:1)に溶かし、正  
71 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、0.1mol/L塩  
72 酸試液/メタノール混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、  
73 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸  
74 光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長240nmにおける  
75 吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

76 カルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$77 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 50$$

78 M<sub>S</sub>: 定量用カルベジロールの秤取量(mg)

#### 79 溶出性 (6.10)

80 (1) 10mg錠及び20mg錠 試験液にpH4.0の0.05mol/L酢  
81 酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い、パドル法により、  
82 毎分75回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
83 80%以上である。

84 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
85 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
86 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
87 正確に量り、表示量に従い1mL中にカルベジロール  
88 (C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約11µgを含む液となるように試験液を加えて  
89 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用カルベジ  
90 ロールを105°Cで2時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
91 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正  
92 確に量り、試験液を加えて正確に100mLとし、標準溶液と  
93 する。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫  
94 外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長285nm  
95 における吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

96 カルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$97 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

98 M<sub>S</sub>: 定量用カルベジロールの秤取量(mg)

99 C: 1錠中のカルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

100 (2) 1.25mg錠及び2.5mg錠 試験液にpH4.0の0.05mol/L  
101 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い、パドル法によ  
102 り、毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間の溶出率  
103 は75%以上である。



## 2 カルベジロール錠

104 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
105 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
106 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
107 正確に量り、表示量に従い1mL中にカルベジロール  
108 (C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約1.4 $\mu$ gを含む液となるように試験液を加えて  
109 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用カルベジ  
110 ロールを105℃で2時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
111 メタノールに溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを  
112 正確に量り、試験液を加えて正確に200mLとし、標準溶液  
113 とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、  
114 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
115 240nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

116 カルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
117  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

118 M<sub>S</sub>: 定量用カルベジロールの秤取量(mg)

119 C: 1錠中のカルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

120 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
121 とする。カルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約25mgに対応する量  
122 を精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、0.1mol/L塩  
123 酸試液/メタノール混液(1:1)を加えて250mLとし、30分  
124 間振り混ぜる。この液2mLをとり、移動相を加えて20mLと  
125 し、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。  
126 初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に  
127 定量用カルベジロールを105℃で2時間乾燥し、その約25mg  
128 を精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、0.1mol/L塩  
129 酸試液/メタノール混液(1:1)に溶かし、250mLとする。  
130 この液2mLをとり、移動相を加えて20mLとし、標準溶液と  
131 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
132 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
133 のピーク面積に対するカルベジロールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>  
134 及びQ<sub>S</sub>を求める。

135 カルベジロール(C<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

136 M<sub>S</sub>: 定量用カルベジロールの秤取量(mg)

137 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液  
138 (1→70)

139 試験条件

140 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240nm)

141 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
142 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
143 リカゲルを充てんする。

144 カラム温度: 40℃付近の一定温度

145 移動相: リン酸二水素カリウム2.7gを水に溶かし  
146 1000mLとした液に、リン酸水素二カリウム0.7gを水  
147 に溶かして200mLとした液を加えてpH5.0に調整す  
148 る。この液450mLにメタノール550mLを加える。

149 流量: カルベジロールの保持時間が約5分になるように  
150 調整する。

151 システム適合性

152 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
153 操作するとき、カルベジロール、内標準物質の順に溶  
154 出し、その分離度は20以上である。

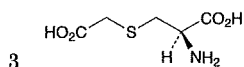
155 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
156 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
157 に対するカルベジロールのピーク面積の比の相対標準  
158 偏差は1.0%以下である。

159 貯法 容器 気密容器。

# 1 L-カルボシステイン

## 1 L-カルボシステイン

### 2 L-Carbocysteine



4  $C_5H_9NO_4S$  : 179.19

5 (2R)-2-Amino-3-carboxymethylsulfanylpropanoic acid

6 [638-23-3]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-カルボシステイン( $C_5H_9NO_4S$ )98.5%以上を含む。

8 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味がある。

9 本品は水に極めて溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

10 本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

11 融点：約186°C(分解)。

### 12 確認試験

13 (1) 本品0.2gに酢酸鉛(II)試液1mL及び水3mLを加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム0.2gを加え、直火で1分間加熱するとき、暗褐色～黒色の沈殿を生じる。

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

15 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -33.5～-36.5° 本品を乾燥し、その約5gを精密に量り、水20mL及び水酸化ナトリウム溶液(13→100)に溶かし、1mol/L塩酸試液及び0.1mol/L塩酸試液を加え、pH6.0に調整した後、更に水を加えて正確に50mLとする。この液につき、層長100mmで測定する。

### 16 純度試験

17 (1) 溶状 本品1.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

18 (2) 塩化物(1.03) 本品0.20gを水10mL及び硝酸20mLに溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに硝酸20mL及び水を加えて50mLとする(0.071%以下)。

19 (3) アンモニウム(1.02) 本品0.25gをとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液5.0mLを用いる(0.02%以下)。ただし、本試験は減圧蒸留法により行う。

20 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

21 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(2ppm以下)。

22 (6) 類縁物質 本品0.30gを0.2mol/L水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、0.2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って

51 長さ15mmにスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

52 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 2時間)。

53 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、0.1mol/L過塩素酸20mLを正確に加えて溶かし、酢酸(100)50mLを加え、過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=17.92mg  $C_5H_9NO_4S$

56 貯法 容器 気密容器。

1 カルメロース

2 Carmellose

3 カルボキシメチルセルロース

4 [9000-11-7]

5 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
6 各条である。

7 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
8 より示す。

9 本品はセルロースのカルボキシメチルエーテルである。

10 ◆性状 本品は白色の粉末である。

11 本品はエタノール(95)にほとんど溶けない。

12 本品に水を加えるとき、膨潤し懸濁液となる。

13 本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、粘稠性のある  
14 液となる。

15 本品は吸湿性である。◆

16 確認試験

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

21 (2) 本品1gに水100mLを加え、振り混ぜて得た懸濁液の  
22 pH(2.54)は3.5~5.0である。

23 純度試験

24 (1) 塩化物(1.03) 本品0.8gに水50mLを加えてよく振り  
25 混ぜた後、水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かし、更  
26 に水を加えて100mLとする。この液20mLに希硝酸10mLを  
27 加え、水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し、冷却した後、  
28 遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで3回洗  
29 い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、水を加えて  
30 100mLとする。この液25mLをとり、希硝酸6mL及び水を  
31 加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液  
32 には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.36%以下)。

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.40gに水25mLを加えてよく振  
34 り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かし、  
35 更に水20mLを加える。この液に塩酸2.5mLを加え、水浴中  
36 で綿状の沈殿が生じるまで加熱し、冷却した後、遠心分離す  
37 る。上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで3回洗い、毎回遠  
38 心分離し、洗液は上澄液に合わせ、水を加えて100mLとす  
39 る。この液をろ過し、初めのろ液5mLを除き、次のろ液  
40 25mLをとり、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。こ  
41 れを検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
42 1.5mLを加える(0.72%以下)。

43 ◆(3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作  
44 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
45 (20ppm以下)。◆

46 乾燥減量(2.41) 8.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

47 強熱残分(2.44) 1.5%以下(乾燥後, 1g)。

48 ◆貯法 容器 気密容器。◆

# 1 カルメロースカルシウム

## 1 カルメロースカルシウム

2 Carmellose Calcium

3 カルボキシメチルセルロースカルシウム

4 [9050-04-8]

5 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
6 各条である。

7 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
8 より示す。

9 本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのカル  
10 シウム塩である。

11 ◆性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

12 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶  
13 けない。

14 本品に水を加えるとき膨潤し懸濁液となる。

15 本品1.0gに水100mLを加え、振り混ぜて得た懸濁液のpH  
16 は4.5～6.0である。

17 本品は吸湿性である。◆

### 18 確認試験

19 (1) 本品0.1gに水10mLを加え、よく振り混ぜ、次に水酸  
20 化ナトリウム試液2mLを加えて振り混ぜ、10分間放置し、  
21 これを試料溶液とする。試料溶液1mLに水を加えて5mLと  
22 し、その1滴にクロモトローブ酸試液0.5mLを加え、水浴中  
23 で10分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

24 (2) (1)の試料溶液5mLにアセトン10mLを加えて振り混  
25 ぜるとき、白色綿状の沈殿を生じる。

26 (3) (1)の試料溶液5mLに塩化鉄(III)試液1mLを加えて振  
27 り混ぜるとき、褐色綿状の沈殿を生じる。

28 (4) 本品1gを強熱して灰化し、残留物に水10mL及び酢酸  
29 (31)6mLを加えて溶かし、必要ならばろ過し、煮沸した後、  
30 冷却し、アンモニア試液で中和するとき、液はカルシウム塩  
31 の定性反応(1.09)の(1)及び(3)を呈する。

### 32 純度試験

33 (1) アルカリ 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水  
34 50mLを加えてよく振り混ぜ、フェノールフタレイン試液2  
35 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

36 (2) 塩化物(1.03) 本品0.80gに水50mLを加えてよく振  
37 り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かし、  
38 水を加えて100mLとし、試料溶液とする。試料溶液20mLに  
39 2mol/L硝酸試液10mLを加え、水浴上で綿状の沈殿が生じる  
40 まで加熱し、冷却した後、遠心分離する。上澄液をとり、沈  
41 殿を水10mLずつで3回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び  
42 洗液を合わせ、水を加えて100mLとする。この液25mLをと  
43 り、硝酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
44 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える  
45 (0.36%以下)。

46 (3) 硫酸塩(1.14) (2)の試料溶液10mLに塩酸1mLを加  
47 え、水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し、冷却した後、  
48 遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで3回洗  
49 い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、水を加えて  
50 100mLとする。この液25mLを検液とし、試験を行う。比較

51 液には0.005mol/L硫酸0.42mLを加える。検液及び比較液に  
52 3mol/L塩酸試液1mL及び塩化バリウム試液3mLずつを加え、  
53 更に水を加えて50mLとし、混和する。10分間放置した後、  
54 混濁を比較する。検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁  
55 より濃くない(1.0%以下)。

56 ◆(4) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作  
57 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
58 (20ppm以下)。◆

59 乾燥減量(2.41) 10.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

60 強熱残分(2.44) 10～20%(乾燥後, 1g)。

61 ◆貯法 容器 気密容器。◆

# 1 カルメロースナトリウム

## 1 カルメロースナトリウム

2 Carmellose Sodium

3 カルボキシメチルセルロースナトリウム

4 [9004-32-4]

5 本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのナト  
6 リウム塩である。

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ナトリウム(Na :  
8 22.99)6.5~8.5%を含む。

9 性状 本品は白色~帯黄白色の粉末又は粒で、味はない。

10 本品はメタノール、エタノール(95)、酢酸(100)又はジエ  
11 チルエーテルにほとんど溶けない。

12 本品は水又は温湯を加えるとき、粘稠性のある液となる。

13 本品は吸湿性である。

### 14 確認試験

15 (1) 本品0.2gを温湯20mLにかき混ぜながら加えて溶かし、  
16 冷後、これを試料溶液とする。試料溶液1mLに水を加えて  
17 5mLとし、その1滴に濃クロモトローブ酸試液0.5mLを加え、  
18 水浴中で10分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

19 (2) (1)の試料溶液10mLに硫酸銅(II)試液1mLを加えると  
20 き、青色綿状の沈殿を生じる。

21 (3) 本品3gにメタノール20mL及び希塩酸2mLを加え、水  
22 浴上で5分間穏やかに煮沸した後、ろ過する。ろ液を蒸発乾  
23 固し、残留物に水20mLを加えた液はナトリウム塩の定性反  
24 応(1.09)を呈する。

25 pH(2.54) 本品1.0gを少量ずつ温湯100mLにかき混ぜなが  
26 ら溶かし、冷却した液のpHは6.0~8.0である。

### 27 純度試験

28 (1) 溶状 高さ250mm、内径25mm、厚さ2mmのガラス  
29 円筒の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを外  
30 管とし、高さ300mm、内径15mm、厚さ2mmのガラス円筒  
31 の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを内管と  
32 し、その外管に、本品1.0gを水100mLに溶かした液を入れ、  
33 これを幅1mm、間隔1mmの15本の平行線を黒色で書いた白  
34 紙の上に置き、内管を上下して、その上部から観察し、線が  
35 区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定  
36 する。この操作を3回繰り返して得た平均値は、次の比較液  
37 を用いて、同様に操作して得た平均値より大きい。

38 比較液 : 0.005mol/L硫酸5.50mLに希塩酸1mL、エタノー  
39 ル(95)5mL及び水を加えて50mLとし、これに塩化バリ  
40 ウム試液2mLを混和し、10分間放置した後、よく振り  
41 混ぜて用いる。

42 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gを水50mLに溶かし、試料溶  
43 液とする。試料溶液10mLに希硝酸10mLを加えて振り混ぜ、  
44 水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し、冷却した後、遠心  
45 分離する。上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで3回洗い、  
46 毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、更に水を加えて  
47 200mLとする。この液50mLを検液とし、試験を行う。比較  
48 液には0.01mol/L塩酸0.45mLを加える(0.640%以下)。

49 (3) 硫酸塩(1.14) (2)の試料溶液10mLに塩酸1mLを加  
50 えてよく振り混ぜ、水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し、  
51 冷却した後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水10mL

52 ずつで3回洗い、毎回遠心分離し、洗液を先の上澄液に合わ  
53 せ、更に水を加えて50mLとし、この液10mLに水を加えて  
54 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
55 0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.960%以下)。

56 (4) ケイ酸塩 本品約1gを精密に量り、白金皿に入れ、  
57 強熱灰化した後、希塩酸20mLを加え、時計皿でふたをして、  
58 30分間穏やかに煮沸する。時計皿をとり、空気を送りなが  
59 ら水浴上で加熱し、蒸発乾固する。更に1時間加熱を続けた  
60 後、熱湯10mLを加え、よくかき混ぜ、定量分析用ろ紙を用  
61 いてろ過する。残留物を熱湯で洗い、洗液に硝酸銀試液を加  
62 えても混濁しなくなったとき、ろ紙とともに乾燥し、更に恒  
63 量になるまで強熱するとき、その量は0.5%以下である。

64 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
65 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
66 下)。

67 (6) ヒ素(1.11) 本品1.0gに硝酸20mLを加え、流動状と  
68 なるまで弱く加熱する。冷後、硫酸5mLを加え、白煙が発  
69 生するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝酸5mLを  
70 加えて加熱する。この操作を液が無色~淡黄色となるまで繰  
71 り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え、  
72 再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて25mL  
73 とする。この液5mLを検液とし、試験を行うとき、次の標  
74 準色より濃くない。

75 標準色 : 本品を用いないで同様に操作した後、この液  
76 5mLを発生瓶に入れ、ヒ素標準液2mLを正確に加え、  
77 以下検液の試験と同様に操作する(10ppm以下)。

78 (7) でんぷん (2)の試料溶液10mLをとり、ヨウ素試液2  
79 滴を滴加するとき青色を呈しない。

80 乾燥減量(2.41) 10.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

81 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
82 (100)80mLを加え、還流冷却器を付けて130°Cの油浴中で2  
83 時間加熱する。冷後、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
84 (電位差滴定法)、同様の方法で空試験を行い、補正する。

85 0.1mol/L過塩素酸1mL=2.299mg Na

86 貯法 容器 気密容器。

## 1 クロスカルメロースナトリウム

2 Croscarmellose Sodium

3 [74811-65-7]

4 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
5 各条である。6 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むこと  
7 より示す。8 本品は、セルロースの多価カルボキシメチルエーテル架橋  
9 物のナトリウム塩である。

10 ◆性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

11 本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど  
12 溶けない。

13 本品は水を加えるとき、膨潤し、懸濁液となる。

14 本品は吸湿性である。◆

## 15 確認試験

16 (1) 本品1gにメチレンブルー溶液(1→250000)100mLを加  
17 え、よくかき混ぜて放置するとき、青色綿状の沈殿を生じる。18 (2) 本品1gに水50mLを加えてよくかき混ぜ、懸濁液とす  
19 る。この液1mLに水1mL及び用時製した1-ナフトールのメ  
20 タノール溶液(1→25)5滴を加え、硫酸2mLを管壁に沿って  
21 静かに加え層積するとき、液の境界面は赤紫色を呈する。22 (3) (2)の懸濁液は、ナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を  
23 呈する。24 pH (2.54) 本品1.0gに水100mLを加えて5分間かき混ぜると  
25 き、上澄液のpHは5.0～7.0である。

## 26 純度試験

27 ◆(1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作  
28 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
29 (10ppm以下)。◆30 ◆(2) 塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウム 本品  
31 中の塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウムの量の和は  
32 換算した乾燥物に対し0.5%以下である。33 (i) 塩化ナトリウム 本品約5gを精密に量り、水50mL及  
34 び過酸化水素(30)5mLを加え、時々かき混ぜながら水浴上で  
35 20分間加熱する。冷後、水100mL及び硝酸10mLを加え、  
36 0.1mol/L硝酸銀液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の  
37 方法で空試験を行い、補正する。

38 0.1mol/L硝酸銀液1mL=5.844mg NaCl

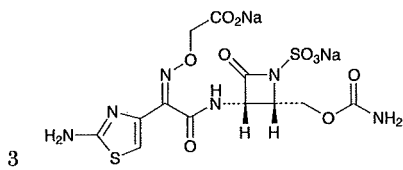
39 (ii) グリコール酸ナトリウム 本品約0.5gを精密に量り、  
40 酢酸(100)2mL及び水5mLを加え、15分間かき混ぜる。アセ  
41 トン50mLをかき混ぜながら徐々に加えた後、塩化ナトリウ  
42 ム1gを加えて3分間かき混ぜ、あらかじめ少量のアセトンで  
43 湿らせたろ紙を用いてろ過する。残留物をアセトン30mLで  
44 よく洗い、洗液はろ液に合わせ、更にアセトンを加えて正確  
45 に100mLとし、試料原液とする。別にグリコール酸0.100g  
46 を正確に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液  
47 0.5mL, 1mL, 2mL, 3mL及び4mLずつを正確に量り、水  
48 を加えてそれぞれ正確に5mLとし、更に酢酸(100)5mL及び  
49 アセトンを加えて正確に100mLとし、標準原液(1), 標準原50 液(2), 標準原液(3), 標準原液(4)及び標準原液(5)とする。試  
51 料原液, 標準原液(1), 標準原液(2), 標準原液(3), 標準原液  
52 (4)及び標準原液(5)2mLずつを正確に量り、それぞれ水浴中  
53 で20分間加熱し、アセトンを蒸発する。冷後、2,7-ジヒド  
54 ロキシナフタレン試液5mLを正確に加えて混和した後、更  
55 に2,7-ジヒドロキシナフタレン試液15mLを加えて混和し、  
56 容器の口をアルミホイルで覆い、水浴中で20分間加熱する。  
57 冷後、硫酸を加えて正確に25mLとし、混和し、試料溶液、  
58 標準溶液(1), 標準溶液(2), 標準溶液(3), 標準溶液(4)及び標  
59 準溶液(5)とする。別に、水/酢酸(100)混液(1:1)10mLに  
60 アセトンを加えて正確に100mLとし、この液2mLを正確に  
61 量り、以下試料原液と同様に操作し、空試験液とする。試料  
62 溶液, 標準溶液(1), 標準溶液(2), 標準溶液(3), 標準溶液(4)  
63 及び標準溶液(5)につき、空試験液を対照として、紫外可視  
64 吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長540nmにおけ  
65 る吸光度 $A_T$ ,  $A_{S1}$ ,  $A_{S2}$ ,  $A_{S3}$ ,  $A_{S4}$ 及び $A_{S5}$ を測定する。標準  
66 溶液から得た検量線を用いて試料溶液100mL中のグリコー  
67 ル酸の量 $X(g)$ を求め、次式によりグリコール酸ナトリウム  
68 の量を求める。69 
$$\text{グリコール酸ナトリウムの量(\%)} = X/M \times 100 \times 1.289$$
70  $M$ : 乾燥物に換算した本品の秤取量(g)◆71 ◆(3) 水可溶物 本品約10gを精密に量り、水800mLに分  
72 散させ、最初の30分間は10分ごとに1分間かき混ぜる。沈降  
73 が遅ければ更に1時間放置する。この液を吸引ろ過又は遠心  
74 分離する。ろ液又は上澄液約150mLの質量を精密に量る。  
75 この液を乾固しない程度に加熱濃縮し、更に105℃で4時間  
76 乾燥し、残留物の質量を精密に量る。次式により水可溶物の  
77 量を求めるとき、1.0～10.0%である。78 
$$\text{水可溶物の量(\%)} = 100M_3(800 + M_1) / M_1M_2$$
79  $M_1$ : 乾燥物に換算した本品の秤取量(g)80  $M_2$ : ろ液又は上澄液約150mLの量(g)81  $M_3$ : 残留物の量(g)◆82 沈降試験 100mLの共栓メスシリンダーに水75mLを入れ、本  
83 品1.5gを0.5gずつ激しく振り混ぜながら加える。水を加えて  
84 100mLとし、均一に分散するまでよく振り混ぜた後、4時間  
85 放置するとき、沈下物の容積は10.0～30.0mLである。86 置換度 本品約1gを精密に量り、500mLの共栓三角フラスコ  
87 に入れ、塩化ナトリウム試液300mLを加えた後、0.1mol/L  
88 水酸化ナトリウム液25.0mLを正確に加え、栓をし、時々振  
89 り混ぜながら5分間放置する。メタクレゾールパープル試液  
90 5滴を加え、更にビュレットから0.1mol/L塩酸15mLを加え、  
91 栓をして振り混ぜる。液が紫色であれば黄色になるまで  
92 0.1mol/L塩酸を正確に1mLずつ加え、そのつど振り混ぜる。  
93 この液を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する。  
94 ただし、滴定の終点は液の黄色が紫色に変わるときとする。  
95 同様の方法で空試験を行う。次式により酸・カルボキシメチ  
96 ル基の置換度 $A$ 及びナトリウム・カルボキシメチル基の置換  
97 度 $S$ を求めるとき、 $A+S$ は0.60～0.85である。98 
$$A = 1150M / (7102 - 412M - 80C)$$
99 
$$S = (162 + 58A)C / (7102 - 80C)$$

## 2 クロスカルメロースナトリウム

- 100 *M*: 乾燥物に換算した本品 1g の中和に要する水酸化ナト  
101 リウムの量(mmol)  
102 *C*: 強熱残分で求めた値(%)
- 103 乾燥減量 (2.41) 10.0%以下(1g, 105°C, 6時間).  
104 強熱残分 (2.44) 14.0~28.0%(1g, 乾燥物質換算).  
105 貯法 容器 気密容器.

## 1 カルモナムナトリウム

## 2 Carumonam Sodium



4  $C_{12}H_{14}N_6Na_2O_{10}S_2$  : 510.37

5 Disodium(Z)-{(2-aminothiazol-4-yl)[(2S,3S)-2-  
6 carbamoyloxymethyl-4-oxo-1-sulfonatoazetidin-3-  
7 ylcarbamoyl]methyleneaminoxy}acetate  
8 [86832-68-0]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり850~  
10 920 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、カルモナム  
11 ( $C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$  : 466.40)としての量を質量(力価)で示す。  
12 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
13 本品は水に溶けやすく、ホルムアミドにやや溶けやすく、  
14 メタノールに極めて溶けにくく、エタノール(99.5)又は酢酸  
15 (100)にほとんど溶けない。

## 16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(3→100000)につき、紫外可視吸光度測  
18 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
19 トルと本品の参照スペクトル又はカルモナムナトリウム標準  
20 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると  
21 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
22 収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
24 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
25 品の参照スペクトル又はカルモナムナトリウム標準品のスペ  
26 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のとこ  
27 ろに同様の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)  
29 につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリル  
30 プロピオン酸ナトリウム- $d_4$ を内部基準物質として核磁気共  
31 鳴スペクトル測定法(2.21)により $^1H$ を測定するとき、 $\delta$   
32 5.5ppm付近に二重線のシグナルAを、 $\delta$  7.0ppm付近に単  
33 線のシグナルBを示し、各シグナルの面積強度比A : Bはほ  
34 ぼ1 : 1である。

35 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。  
36 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +18.5~+21.0°(脱水物に換算した  
37 もの0.1g, 水, 10mL, 100mm)。

38 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0~  
39 6.5である。

## 40 純度試験

41 (1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色~  
42 微黄色澄明である。

43 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
44 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(15ppm以  
45 下)。

46 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第4法により検液を調  
47 製し、試験を行う(1ppm以下)。

48 (4) 類縁物質1 本品約0.1gを精密に量り、移動相に溶か  
49 して正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相  
50 を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にカルモナ  
51 ムナトリウム標準品約0.1gを精密に量り、移動相に溶かして  
52 正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加  
53 えて正確に25mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相  
54 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
55 び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
56 トグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
57 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。次式により  
58 類縁物質の量を求めるとき、カルモナムのピークに対する相  
59 対保持時間約0.7の類縁物質の量は4.0%以下であり、カルモ  
60 ナムのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質以外の  
61 個々の類縁物質の量はそれぞれ1.0%以下である。

62 類縁物質の量(%) =  $M_S / M_T \times A_T / A_S$

63  $M_S$  : カルモナムナトリウム標準品の秤取量(g)

64  $M_T$  : 本品の秤取量(g)

65  $A_S$  : 標準溶液のカルモナムのピーク面積

66  $A_T$  : 試料溶液のカルモナム以外の個々のピーク面積

## 67 試験条件

68 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
69 の試験条件を準用する。

70 面積測定範囲 : カルモナムの保持時間の約3倍の範囲

## 71 システム適合性

72 検出の確認 : 標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
73 えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たカル  
74 モナムのピーク面積が、標準溶液のカルモナムのピー  
75 ク面積の7~13%になることを確認する。

76 システムの性能 : 本品40mgを移動相20mLに溶かす。

77 この液5mLをとり、レソルシノールの移動相溶液(9  
78 →1000)5mL及び移動相を加えて25mLとする。この  
79 液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、レソル  
80 シノール、カルモナムの順に溶出し、その分離度は  
81 2.5以上である。

82 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
83 で試験を3回繰り返すとき、カルモナムのピーク面積  
84 の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 (5) 類縁物質2 本品約0.1gを精密に量り、移動相に溶か  
86 して正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相  
87 を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にカルモナ  
88 ムナトリウム標準品約0.1gを精密に量り、移動相に溶かして  
89 正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加  
90 えて正確に25mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相  
91 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
92 び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
93 トグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
94 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。次式により  
95 類縁物質の量を求めるとき、個々の類縁物質の量はそれぞれ  
96 1.0%以下である。

97 類縁物質の量(%) =  $M_S / M_T \times A_T / A_S$

98  $M_S$  : カルモナムナトリウム標準品の秤取量(g)



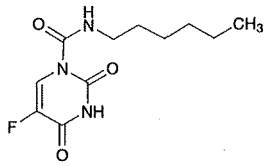
2 カルモナムナトリウム

99	$M_f$ : 本品の秤取量(g)	151	流量 : カルモナムの保持時間が約10分になるように調
100	$A_s$ : 標準溶液のカルモナムのピーク面積	152	整する.
101	$A_r$ : 試料溶液のカルモナムの後に溶出する個々のピーク	153	システム適合性
102	面積	154	システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で
103	試験条件	155	操作するとき, 内標準物質, カルモナムの順に溶出し,
104	検出器, カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準	156	その分離度は2.5以上である.
105	用する.	157	システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
106	移動相 : 硫酸アンモニウム溶液(1 $\rightarrow$ 10000)/メタノール/酢酸(100)混液(74 : 25 : 1)	158	で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
107		159	に対するカルモナムのピーク面積の比の相対標準偏差
108	流量 : フタル酸0.01gを移動相に溶かし, 100mLとする.	160	は1.0%以下である.
109	この液10 $\mu$ Lを注入するとき, フタル酸の保持時間が	161	貯法
110	約6.5分になるように調整する.	162	保存条件 遮光して保存する.
111	面積測定範囲 : カルモナムの保持時間の約10倍の範囲	163	容器 密封容器.
112	システム適合性		
113	検出の確認 : 標準溶液5mLを正確に量り, 移動相を加		
114	えて正確に50mLとする. この液10 $\mu$ Lから得たカル		
115	モナムのピーク面積が, 標準溶液のカルモナムのピー		
116	ク面積の7~13%になることを確認する.		
117	システムの性能 : 本品40mgを移動相20mLに溶かす.		
118	この液5mLをとり, レソルシノールの移動相溶液(9		
119	$\rightarrow$ 1000)5mL及び移動相を加えて25mLとする. この		
120	液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, レソル		
121	シノール, カルモナムの順に溶出し, その分離度は7		
122	以上である.		
123	システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件		
124	で試験を3回繰り返すとき, カルモナムのピーク面積		
125	の相対標準偏差は2.0%以下である.		
126	(6) 総類縁物質 類縁物質1及び類縁物質2で求めた類縁		
127	物質の量の合計は6.0%以下である.		
128	水分 (2.48) 2.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定. ただし,		
129	水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/		
130	水分測定用メタノール混液(3 : 1)を用いる).		
131	定量法 本品及びカルモナムナトリウム標準品約40mg(力価)		
132	に対応する量を精密に量り, それぞれを移動相に溶かして正		
133	確に20mLとする. この液5mLずつを正確に量り, それぞれ		
134	に内標準溶液5mLを正確に加え, 移動相を加えて25mLとし,		
135	試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ L		
136	につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により		
137	試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するカルモナムの		
138	ピーク面積の比 $Q_r$ 及び $Q_s$ を求める.		
139	カルモナム(C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> N <sub>6</sub> O <sub>10</sub> S <sub>2</sub> )の量[ $\mu$ g(力価)]		
140	$= M_s \times Q_r / Q_s \times 1000$		
141	$M_s$ : カルモナムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]		
142	内標準溶液 レソルシノールの移動相溶液(9 $\rightarrow$ 1000)		
143	試験条件		
144	検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254nm)		
145	カラム : 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの		
146	液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ		
147	カゲルを充てんする.		
148	カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度		
149	移動相 : 硫酸アンモニウム溶液(1 $\rightarrow$ 10000)/メタノール/酢酸(100)混液(97 : 2 : 1)		
150			

1 カルモフル

1 カルモフル

2 Carmofur



4 C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>3</sub> : 257.26

5 5-Fluoro-1-(hexylaminocarbonyl)uracil

6 [61422-45-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、カルモフル  
8 (C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、  
11 酢酸(100)に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けやす  
12 く、メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、水  
13 にほとんど溶けない。

14 融点：約111°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品5mgをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
17 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
18 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
19 呈する。

20 (2) 本品のメタノール/pH2.0のリン酸・酢酸・ホウ酸緩  
21 衝液混液(9:1)溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
22 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
23 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
24 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
27 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
28 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品0.20gをメタノール/酢酸(100)混液  
34 (99:1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正  
35 確に量り、メタノール/酢酸(100)混液(99:1)を加えて正確  
36 に500mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
37 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
38 び標準溶液15μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
39 ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次  
40 にトルエン/アセトン混液(5:3)を展開溶媒として約12cm  
41 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
42 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外  
43 のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。次  
44 に薄層板を臭素蒸気に30秒間さらした後、フルオレセイン  
45 のエタノール(95)溶液(1→2500)を均等に噴霧するとき、試  
46 料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から  
47 得たスポットより濃くない。

48 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 50°C, 3時間)。

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
51 チルホルムアミド20mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルア  
52 ンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定(2.50)する  
53 (指示薬：チモールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試  
54 液3滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色  
55 に変わるときとする。

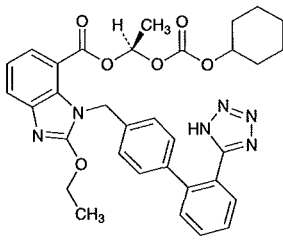
56 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタ  
57 ール液1mL

58 =25.73mg C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>FN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>

59 貯法 容器 気密容器。

1 カンデサルタン シレキセチル

2 Candesartan Cilexetil



3

4 C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub> : 610.66

5 (1*RS*)-1-(Cyclohexyloxy-carbonyloxy)ethyl 2-ethoxy-1-

6 {[2'-(1*H*-tetrazol-5-yl)biphenyl-4-yl]methyl}-

7 1*H*-benzo[*d*]imidazole-7-carboxylate

8 [145040-37-5]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、カンデサル  
10 タンシレキセチル(C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は酢酸(100)にやや溶けやすく、メタノールにやや溶  
13 けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶  
14 けない。

15 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視  
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
19 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
20 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
21 る。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
25 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これら  
26 のスペクトルに差を認めるときは、別に規定する方法により  
27 再結晶し、結晶をろ取し、乾燥したものにつき、同様の試験  
28 を行う。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品20mgをアセトニトリル/水混液(3:  
34 2)50mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
35 り、アセトニトリル/水混液(3:2)を加えて正確に100mL  
36 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを  
37 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
38 より試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積  
39 分法により測定するとき、試料溶液のカンデサルタンシレキ  
40 セチルに対する相対保持時間約0.4及び約2.0のピーク面積は、  
41 標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1/  
42 5より大きくなく、試料溶液のカンデサルタンシレキセチル  
43 に対する相対保持時間約0.5のピーク面積は、標準溶液のカ  
44 ンデサルタンシレキセチルのピーク面積の3/10より大きく

45 なく、試料溶液のカンデサルタンシレキセチル及び上記以外  
46 のピークの面積は、標準溶液のカンデサルタンシレキセチル  
47 のピーク面積の1/10より小さい。また、試料溶液のカンデ  
48 サルタンシレキセチル以外のピークの合計面積は、標準溶液  
49 のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の3/5より大  
50 きくない。

51 試験条件

52 検出器:紫外吸光光度計(波長:254nm)

53 カラム:内径4mm、長さ15cmのステンレス管に4μmの  
54 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
55 カゲルを充てんする。

56 カラム温度:25℃付近の一定温度

57 移動相A:アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(57:  
58 43:1)

59 移動相B:アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(90:  
60 10:1)

61 移動相の送液:移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
62 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 30	100 → 0	0 → 100

63 流量:毎分0.8mL

64 面積測定範囲:溶媒のピークの後から注入後30分まで  
65 システム適合性

66 検出の確認:標準溶液2mLを正確に量り、アセトニト  
67 リル/水混液(3:2)を加えて正確に20mLとする。こ  
68 の液10μLから得たカンデサルタンシレキセチルのピー  
69 ク面積が、標準溶液のカンデサルタンシレキセチルの  
70 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

71 システムの性能:標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
72 操作するとき、カンデサルタンシレキセチルのピーク  
73 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ12000  
74 段以上、1.5以下である。

75 システムの再現性:標準溶液10μLにつき、上記の条件  
76 で試験を6回繰り返すとき、カンデサルタンシレキセ  
77 チルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

78 (3) 残留溶媒 別に規定する。

79 水分(2.48) 0.3%以下(0.5g、電量滴定法)。

80 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

81 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)60mLに溶かし、  
82 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
83 方法で空試験を行い、補正する。

84 0.1mol/L過塩素酸1mL=61.07mg C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>

85 貯法 容器 密閉容器。

1 カンデサルタン シレキセチル錠

2 Candesartan Cilexetil Tablets

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 30	100 → 0	0 → 100

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 カンデサルタンシレキセチル(C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>: 610.66)を含む。  
5 製法 本品は「カンデサルタンシレキセチル」をとり、錠剤の  
6 製法により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「カンデサルタンシ  
8 レキセチル」1mgに対応する量を取り、メタノール50mLを  
9 加えて10分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、  
10 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
11 するとき、波長252~256nm及び302~307nmに吸収の極大  
12 を示す。

13 純度試験 類縁物質 本品10個以上をとり、粉末とする。表  
14 示量に従い「カンデサルタンシレキセチル」6mgに対応する  
15 量を取り、アセトニトリル/水混液(3:2)15mLを加え、10  
16 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を孔径  
17 0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ  
18 液3mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液1mLを  
19 正確に量り、アセトニトリル/水混液(3:2)を加えて正確に  
20 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10µL  
21 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
22 (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
23 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のカンデサル  
24 タンシレキセチルに対する相対保持時間約0.5のピーク面積  
25 は、標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の  
26 1.5倍より大きくなく、試料溶液のカンデサルタンシレキセ  
27 チルに対する相対保持時間約0.8、約1.1及び約1.5のピーク  
28 面積は、それぞれ標準溶液のカンデサルタンシレキセチルの  
29 ピーク面積の1/2より大きくなく、試料溶液のカンデサル  
30 タンシレキセチルに対する相対保持時間約2.0のピーク面積  
31 は、標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積よ  
32 り大きくなく、試料溶液のカンデサルタンシレキセチル、カ  
33 ンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.4のピ  
34 ーク及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のカンデサル  
35 タンシレキセチルのピーク面積の1/10より小さい。また、  
36 試料溶液のカンデサルタンシレキセチル以外のピークの合計  
37 面積は、標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面  
38 積の4倍より大きくない。

39 試験条件

40 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

41 カラム：内径3.9mm、長さ15cmのステンレス管に4µm  
42 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
43 リカゲルを充てんする。

44 カラム温度：25℃付近の一定温度

45 移動相A：アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(57：  
46 43：1)

47 移動相B：アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(90：  
48 10：1)

49 移動相の送液：移動相Aと移動相Bの混合比を次のよう  
50 に変えて濃度勾配制御する。

51 流量：毎分0.8mL  
52 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後30分まで  
53 システム適合性  
54 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、アセトニト  
55 リル/水混液(3:2)を加えて正確に20mLとする。こ  
56 の液10µLから得たカンデサルタンシレキセチルのピ  
57 ーク面積が、標準溶液のカンデサルタンシレキセチル  
58 のピーク面積の7~13%になることを確認する。  
59 システムの性能：標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
60 操作するとき、カンデサルタンシレキセチルのピーク  
61 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ12000  
62 段以上、1.5以下である。

63 システムの再現性：標準溶液10µLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、カンデサルタンシレキセ  
65 チルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

68 本品1個をとり、アセトニトリル/水混液(3:2)30mLを  
69 加えて20分間激しく振り混ぜた後、1mL中にカンデサルタ  
70 ンシレキセチル(C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)約40µgを含むようにアセトニ  
71 トリル/水混液(3:2)を加えて正確にV mLとし、遠心分離  
72 し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用カンデサルタンシ  
73 レキセチル(別途「カンデサルタンシレキセチル」と同様の  
74 方法で水分 (2.48) を測定しておく)約50mgを精密に量り、  
75 アセトニトリルに溶かし、正確に50mLとする。この液4mL  
76 を正確に量り、アセトニトリル/水混液(3:2)を加えて正確  
77 に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液に  
78 つき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波  
79 長305nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

80 カンデサルタンシレキセチル(C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)  
81 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub> × V / 1250

82 M<sub>S</sub>：脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチ  
83 ルの秤取量(mg)

84 溶性 (6.10) 試験液にポリソルベート20 1gに水を加えて  
85 100mLとした液900mLを用い、パドル法により、毎分50回  
86 転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は75%以上で  
87 ある。

88 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
89 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
90 ーでろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液V mLを正  
91 確に量り、表示量に従い1mL中にカンデサルタンシレキセ  
92 チル(C<sub>33</sub>H<sub>34</sub>N<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)約2.2µgを含む液となるように試験液を加  
93 えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用カン  
94 デサルタンシレキセチル(別途「カンデサルタンシレキセチ  
95 ル」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約50mgを  
96 精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に50mLとする。  
97 この液5mLを正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に  
98 50mLとする。この液1mLを正確に量り、試験液を加えて正  
99 確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

2 カンデサルタン シレキセチル錠

- 100 50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
 101 ー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のカンデサルタ  
 102 ンシレキセチルのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。
- 103 カンデサルタンシレキセチル( $C_{33}H_{34}N_6O_6$ )の表示量に対する  
 104 溶出率(%)  
 105  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18 / 5$
- 106  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチ  
 107 ルの秤取量(mg)  
 108  $C$ : 1錠中のカンデサルタンシレキセチル( $C_{33}H_{34}N_6O_6$ )の  
 109 表示量(mg)
- 110 試験条件  
 111 定量法の試験条件を準用する。  
 112 システム適合性  
 113 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
 114 操作するとき、カンデサルタンシレキセチルのピーク  
 115 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ7000  
 116 段以上、1.5以下である。  
 117 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
 118 で試験を6回繰り返すとき、カンデサルタンシレキセ  
 119 チルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 120 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
 121 とする。カンデサルタンシレキセチル( $C_{33}H_{34}N_6O_6$ )約6mgに  
 122 対応する量を精密に量り、内標準溶液15mLを正確に加え、  
 123 アセトニトリル/水混液(3:2)を加えて150mLとし、10分  
 124 間激しく振り混ぜた後、静置する。上澄液を孔径0.45 $\mu$ m以  
 125 下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液5mLを  
 126 除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用カンデサルタ  
 127 ンシレキセチル(別途「カンデサルタンシレキセチル」と同  
 128 様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約50mgを精密に量  
 129 り、アセトニトリルに溶かし、正確に50mLとする。この液  
 130 4mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、アセト  
 131 ニトリル/水混液(3:2)を加えて100mLとし、標準溶液と  
 132 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
 133 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質  
 134 のピーク面積に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク  
 135 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。
- 136 カンデサルタンシレキセチル( $C_{33}H_{34}N_6O_6$ )の量(mg)  
 137  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 25$
- 138  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチ  
 139 ルの秤取量(mg)
- 140 内標準溶液 アセナフテンのアセトニトリル溶液(1 $\rightarrow$ 800)  
 141 試験条件  
 142 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)  
 143 カラム: 内径3.9mm、長さ15cmのステンレス管に4 $\mu$ m  
 144 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
 145 リカゲルを充てんする。  
 146 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
 147 移動相: アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(57:43:  
 148 1)  
 149 流量: カンデサルタンシレキセチルの保持時間が約13  
 150 分になるように調整する。
- 151 システム適合性  
 152 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
 153 操作するとき、内標準物質、カンデサルタンシレキセ  
 154 チルの順に溶出し、その分離度は5以上である。  
 155 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
 156 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
 157 に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の  
 158 比の相対標準偏差は1.0%以下である。  
 159 貯法 容器 気密容器。

## 1 含糖ペプシン

### 1 含糖ペプシン

#### 2 Saccharated Pepsin

3 本品はブタ又はウシの胃粘膜から得たペプシンに「乳糖水  
4 和物」を混和したもので、たん白消化力がある酵素剤である。

5 本品は定量するとき、1g当たり3800～6000単位を含む。

6 性状 本品は白色の粉末で、特異なおいがあり、味はわずか  
7 に甘い。

8 本品は水にわずかに混濁して溶け、エタノール(95)又はジ  
9 エチルエーテルに溶けない。

10 本品はやや吸湿性である。

#### 11 純度試験

12 (1) 変敗 本品は不快な又は変敗したにおいが無い。

13 (2) 酸 本品0.5gを水50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナ  
14 トリウム液0.50mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加  
15 えるとき、液の色は赤色である。

16 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 80°C, 4時間)。

17 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(1g)。

#### 18 定量法

19 (i) 基質溶液 消化力試験法 (4.03) のたん白消化力試験法  
20 の基質溶液1を用いる。ただし、pHは2.0に調整する。

21 (ii) 試料溶液 本品約1250単位に対応する量を精密に量り、  
22 氷冷した0.01mol/L塩酸試液に溶かし、正確に50mLとする。

23 (iii) 標準溶液 含糖ペプシン標準品適量を正確に量り、  
24 1mL中に約25単位を含むように氷冷した0.01mol/L塩酸試液  
25 に溶かす。

26 (iv) 操作法 消化力試験法 (4.03) のたん白消化力試験法に  
27 より操作し、試料溶液につき吸光度 $A_T$ 及び $A_{TB}$ を測定する。  
28 ただし、沈殿試液はトリクロ酢酸試液Aを用いる。別に、  
29 標準溶液につき、試料溶液と同様に操作し、吸光度 $A_S$ 及び  
30  $A_{SB}$ を測定する。本品1g中の単位数は次式により算出する。

31 本品1g中の単位数 =  $U_S \times (A_T - A_{TB}) / (A_S - A_{SB}) \times 1 / M$

32  $U_S$ : 標準溶液1mL中の単位数

33  $M$ : 試料溶液1mL中の本品の秤取量(g)

#### 34 貯法

35 保存条件 30°C以下で保存する。

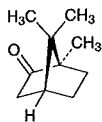
36 容器 気密容器。

1 d-カンフル

1 d-カンフル

2 d-Camphor

3 樟腦



5 C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O : 152.23

6 (1*R*,4*R*)-1,7,7-Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-one

7 [464-49-3]

8 本品は定量するとき、d-カンフル(C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O)96.0%以上を  
9 含む。

10 性状 本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊  
11 で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある。

12 本品はエタノール(95)，ジエチルエーテル又は二硫化炭素  
13 に溶けやすく，水に溶けにくい。

14 本品は室温で徐々に揮散する。

15 確認試験 本品0.1gをメタノール2mLに溶かし，2,4-ジニト  
16 ロフェニルヒドラジン試液1mLを加えた後，水浴上で5分間  
17 加熱するとき，だいたい赤色の沈殿を生じる。

18 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +41.0~+43.0°(5g, エタノール(95),  
19 50mL, 100mm).

20 融点 (2.60) 177~182°C

21 純度試験

22 (1) 水分 本品1.0gに二硫化炭素10mLを加えて振り混ぜ  
23 るとき，液は濁らない。

24 (2) 塩素化合物 本品を粉末とし，その0.20gを乾燥した  
25 磁製るつぼにとり，過酸化ナトリウム0.4gを加え，パーナー  
26 で徐々に加熱して完全に分解する。残留物を温湯20mLに溶  
27 かし，希硝酸12mLを加えて酸性とした後，ネスラー管中に  
28 ろ過し，ろ紙を熱湯5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合  
29 わせる。冷後，水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加  
30 えてよく振り混ぜ，5分間放置するとき，液の混濁は次の比  
31 較液より濃くない。

32 比較液：0.01mol/L塩酸0.20mLを用いて同様に操作する。

33 (3) 不揮発性残留物 本品2.0gを水浴上で加熱して昇華し，  
34 更に105°Cで3時間乾燥するとき，残留物は1.0mg以下であ  
35 る。

36 定量法 本品及びd-カンフル標準品約0.1gずつを精密に量り，  
37 それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，エタノール  
38 (99.5)に溶かして100mLとし，試料溶液及び標準溶液とする。  
39 試料溶液及び標準溶液2μLにつき，次の条件でガスクロマト  
40 グラフィー (2.02) により試験を行い，内標準物質のピーク  
41 面積に対するd-カンフルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
42 める。

43 d-カンフル(C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

44  $M_S$  : d-カンフル標準品の秤取量(mg)

45 内標準溶液 サリチル酸メチルのエタノール(99.5)溶液(1  
46 →25)

47 試験条件

48 検出器：水素炎イオン化検出器

49 カラム：内径3mm，長さ3mのガラス管に，ガスクロマ  
50 トグラフィー用ポリエチレングリコール20Mをシラ  
51 ン処理した180~250μmのガスクロマトグラフィー用  
52 ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんす  
53 る。

54 カラム温度：160°C付近の一定温度

55 キャリヤーガス：窒素

56 流量：d-カンフルの保持時間が約6分になるように調  
57 整する。

58 システム適合性

59 システムの性能：標準溶液2μLにつき，上記の条件で操  
60 作するとき，d-カンフル，内標準物質の順に流出し，  
61 その分離度は7以上である。

62 システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で  
63 試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に  
64 対するd-カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差  
65 は1.0%以下である。

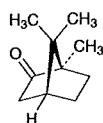
66 貯法 容器 気密容器。

1 dl-カンフル

1 dl-カンフル

2 dl-Camphor

3 合成樟脳



4 及び鏡像異性体

5 C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O : 152.23

6 (1*RS*,4*RS*)-1,7,7-Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-one

7 [76-22-2]

8 本品は定量するとき、dl-カンフル(C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O)96.0%以上  
9 を含む。

10 性状 本品は無色又は白色半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊  
11 で、特異な芳香があり、味はわずかに苦く、清涼味がある。

12 本品はエタノール(95)、ジエチルエーテル又は二硫化炭素  
13 に溶けやすく、水に溶けにくい。

14 本品は室温で徐々に揮散する。

15 確認試験 本品0.1gをメタノール2mLに溶かし、2,4-ジニト  
16 ロフェニルヒドラジン試液1mLを加えた後、水浴上で5分間  
17 加熱するとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

18 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -1.5~+1.5°(5g, エタノール(95),  
19 50mL, 100mm).

20 融点 (2.60) 175~180°C

21 純度試験

22 (1) 水分 本品1.0gに二硫化炭素10mLを加えて振り混ぜ  
23 るとき、液は濁らない。

24 (2) 塩素化合物 本品を粉末とし、その0.20gを乾燥した  
25 磁製るつぼにとり、過酸化ナトリウム0.4gを加え、パーナー  
26 で徐々に加熱して完全に分解する。残留物を温湯20mLに溶  
27 かし、希硝酸12mLを加えて酸性とした後、ネスラー管中に  
28 ろ過し、ろ紙を熱湯5mLずつで3回洗い、ろ液及び洗液を合  
29 わせる。冷後、水を加えて50mLとし、硝酸銀試液1mLを加  
30 えてよく振り混ぜ、5分間放置するとき、液の混濁は次の比  
31 較液より濃くない。

32 比較液 : 0.01mol/L塩酸0.20mLを用いて同様に操作する。

33 (3) 不揮発性残留物 本品2.0gを水浴上で加熱して昇華し、  
34 更に105°Cで3時間乾燥するとき、残留物は1.0mg以下であ  
35 る。

36 定量法 本品及びdl-カンフル標準品約0.1gずつを精密に量り、  
37 それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、エタノール  
38 (99.5)に溶かして100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
39 試料溶液及び標準溶液2μLにつき、次の条件でガスクロマト  
40 グラフィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク  
41 面積に対するdl-カンフルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
42 める。

43  $dl\text{-カンフル}(C_{10}H_{16}O)\text{の量(mg)} = M_S \times Q_T / Q_S$

44  $M_S$  : dl-カンフル標準品の秤取量(mg)

45 内標準溶液 サリチル酸メチルのエタノール(99.5)溶液(1  
46 →25)

47 試験条件

48 検出器 : 水素炎イオン化検出器

49 カラム : 内径3mm, 長さ3mのガラス管に、ガスクロマ  
50 トグラフィー用ポリエチレングリコール20Mをシラ  
51 ン処理した180~250μmのガスクロマトグラフィー用  
52 ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんす  
53 る。

54 カラム温度 : 160°C付近の一定温度

55 キャリヤーガス : 窒素

56 流量 : dl-カンフルの保持時間が約6分になるように調  
57 整する。

58 システム適合性

59 システムの性能 : 標準溶液2μLにつき、上記の条件で操  
60 作するとき、dl-カンフル、内標準物質の順に流出し、  
61 その分離度は7以上である。

62 システムの再現性 : 標準溶液2μLにつき、上記の条件で  
63 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
64 対するdl-カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差  
65 は1.0%以下である。

66 貯法 容器 気密容器。



## 1 肝油

### 1 肝油

#### 2 Cod Liver Oil

3 本品はマダラ *Gadus macrocephalus* Tilesius 又はスケト  
4 ウダラ *Theragra chalcogramma* Pallas (*Gadidae*) の新鮮な  
5 肝臓及び幽門垂から得た脂肪油である。

6 本品は定量するとき、1gにつきビタミンA 2000~5000単  
7 位を含む。

8 性状 本品は黄色~だいたい色の油液で、わずかに魚臭を帯び  
9 た特異なおいがあり、味は緩和である。

10 本品はクロロホルムと混和する。

11 本品はエタノール(95)に溶けにくく、水にほとんど溶けな  
12 い。

13 本品は空気又は光によって分解する。

14 確認試験 本品0.1gをクロロホルム10mLに溶かし、この液  
15 1mLに塩化アンチモン(III)試液3mLを加えるとき、液は直ち  
16 に青色となるが、この色は速やかに退色する。

17 比重  $\langle 1.13 \rangle$   $d_{20}^{20}$ : 0.918~0.928

18 酸価  $\langle 1.13 \rangle$  1.7以下。

19 けん化価  $\langle 1.13 \rangle$  180~192

20 不けん化物  $\langle 1.13 \rangle$  3.0%以下。

21 ヨウ素価  $\langle 1.13 \rangle$  130~170

22 純度試験 変敗 本品を加温するとき、不快な敗油性のにおい  
23 を発しない。

24 定量法 本品約0.5gを精密に量り、ビタミンA定量法  $\langle 2.55 \rangle$  の  
25 第2法により試験を行う。

#### 26 貯法

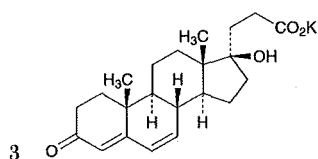
27 保存条件 遮光した容器にほとんど全満するか、又は空気を  
28 「窒素」で置換して保存する。

29 容器 気密容器。

1 カンレノ酸カリウム

1 カンレノ酸カリウム

2 Potassium Canrenoate



4  $C_{22}H_{29}KO_4$  : 396.56

5 Monopotassium 17-hydroxy-3-oxo-17 $\alpha$ -pregna-4,6-diene-

6 21-carboxylate

7 [2181-04-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、カンレノ酸カリウム  
9 ( $C_{22}H_{29}KO_4$ )98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は微黄白色~微黄褐色の結晶性の粉末である。

11 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エ  
12 タノール(95)にやや溶けにくく、クロロホルム又はジエチル  
13 エーテルにほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品2mgを硫酸2滴に溶かすとき、液はだいたい色  
16 を呈し、紫外線(主波長365nm)を照射するとき、黄緑色の蛍光  
17 を発する。これに無水酢酸1滴を加えるとき、液は赤色に変  
18 わる。

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

24 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
26 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
27 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

28 (4) 本品の水溶液(1→10)はカリウム塩の定性反応(1)  
29 (1.09)を呈する。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -71~-76°(乾燥後, 0.2g, メタノ  
31 ール, 20mL, 100mm)。

32 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは8.4~  
33 9.4である。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は微黄色  
36 ~淡黄色澄明である。

37 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
39 下)。

40 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
41 製し、試験を行う(2ppm以下)。

42 (4) カンレノン 本品0.40gをとり、共栓遠心沈殿管に入  
43 れ、氷水中で5℃以下に冷却し、これに5℃以下に冷却した  
44 pH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液  
45 6mLを加えて溶かし、次いで5℃以下に冷却した水8mLを加  
46 える。これにクロロホルム10mLを正確に加え、5℃以下で3  
47 分間放置した後、直ちに2分間激しく振り混ぜ、遠心分離す

48 る。水層を除き、クロロホルム層5mLを分取し、5℃以下に  
49 冷却したpH10.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウ  
50 ム緩衝液3mL及び5℃以下に冷却した水4mLを入れた共栓遠  
51 心沈殿管に入れ、1分間振り混ぜた後、遠心分離する。水層  
52 を除き、クロロホルム層2mLを正確に量り、クロロホルム  
53 を加えて正確に10mLとした液につき、紫外可視吸光度測定  
54 法(2.24)により波長283nmにおける吸光度を測定するとき、  
55 0.67以下である。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸  
58 (100)75mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
59 (電位差滴定法。ただし、内部液は飽和塩化カリウム・酢酸  
60 (100)溶液に代える)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

61 0.1mol/L過塩素酸1mL=39.66mg  $C_{22}H_{29}KO_4$

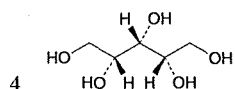
62 貯法 容器 気密容器。

# 1 キシリトール

## 1 キシリトール

2 Xylitol

3 キシリット



5  $C_5H_{12}O_5$  : 152.15

6 *meso*-Xylitol

7 [87-99-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、キシリトール  
9 ( $C_5H_{12}O_5$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはなく、味は甘い。  
11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けにく  
12 い。

13 本品は吸湿性である。

### 14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→2)1mLに硫酸鉄(II)試液2mL及び水  
16 酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき、液は青緑色を  
17 呈するが混濁を生じない。

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

22 pH (2.54) 本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶  
23 かした液のpHは5.0~7.0である。

24 融点 (2.60) 93.0~95.0℃

### 25 純度試験

26 (1) 溶状 本品5gを10mLに溶かすとき、液は無色澄明で  
27 ある。

28 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
29 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下)。

30 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品4.0gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下)。

32 (4) 重金属 (1.07) 本品4.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以  
34 下)。

35 (5) ニッケル 本品0.5gを水5mLに溶かし、ジメチルグ  
36 リオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放  
37 置するとき、液は赤色を呈しない。

38 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.5gをとり、第1法により検液を調  
39 製し、試験を行う(1.3ppm以下)。

40 (7) 糖類 本品5.0gを水15mLに溶かし、希塩酸4.0mLを  
41 加え、還流冷却器を付け、水浴中で3時間加熱する。冷後、  
42 水酸化ナトリウム試液で中和する(指示薬：メチルオレンジ  
43 試液2滴)。更に水を加えて50mLとし、その10mLをフラス  
44 コに量り、水10mL及びフェーリング試液40mLを加えて穏  
45 やかに3分間煮沸した後、放置し、酸化銅(I)を沈殿させる。  
46 次に上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、沈殿を温湯  
47 で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガ  
48 ラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿を硫酸鉄(III)試液  
49 20mLに溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した

後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、  
51 0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定 (2.50) するとき、  
52 その消費量は、1.0mL以下である。

53 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 24時  
54 間)。

55 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水に溶かし、  
57 正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、ヨウ素瓶  
58 に入れ、過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え、水浴  
59 中で15分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム2.5gを加え、  
60 直ちに密栓してよく振り混ぜ、暗所に5分間放置した後、遊  
61 離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
62 (2.50) する(指示薬：デンプン試液3mL)。同様の方法で空  
63 試験を行う。

64 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=1.902mg  $C_5H_{12}O_5$

65 貯法 容器 気密容器。

## 1 キシリトール注射液

### 1 キシリトール注射液

2 Xylitol Injection

3 キシリット注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
6 キシリトール( $C_5H_{12}O_5$ : 152.15)を含む。

7 製法 本品は「キシリトール」をとり、注射剤の製法により製  
8 する。

9 本品には保存剤を加えない。

10 性状 本品は無色澄明の液で、味は甘い。

11 確認試験 本品の表示量に従い「キシリトール」0.1gに対応す  
12 る容量をとり、水を加えて10mLとし、試料溶液とする。別  
13 にキシリトール0.1gを水10mLに溶かし、標準溶液とする。  
14 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
15 試験を行う。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
16 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
17 する。次にエタノール(95)/アンモニア水(28)/水混液  
18 (25:4:3)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
19 風乾する。これに硝酸銀・アンモニア試液を均等に噴霧し、  
20 105°Cで15分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得  
21 たスポットは黒褐色を呈し、それらの $R_f$ 値は等しい。

22 pH (2.54) 4.5～7.5

23 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mL未満。

24 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

25 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

26 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

27 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
28 適合する。

29 定量法 本品のキシリトール( $C_5H_{12}O_5$ )約5gに対応する容量を  
30 正確に量り、水を加えて正確に250mLとする。この液10mL  
31 を正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、次にこの液  
32 10mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、以下「キシリトー  
33 ル」の定量法を準用する。

34 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=1.902mg  $C_5H_{12}O_5$

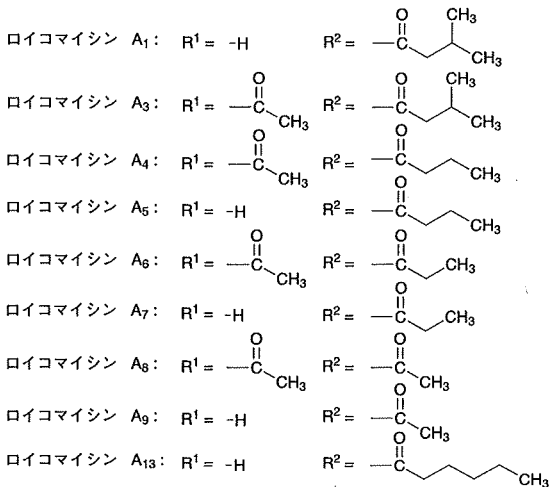
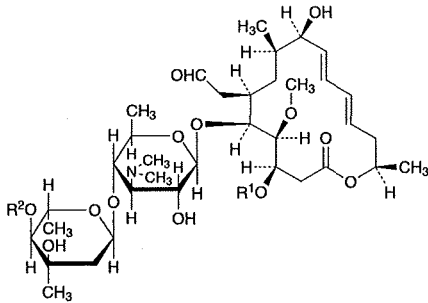
35 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容  
36 器を使用することができる。

1 キタサマイシン

1 キタサマイシン

2 Kitasamycin

3 ロイコマイシン



- 4
- 5 (ロイコマイシンA<sub>1</sub>,A<sub>5</sub>,A<sub>7</sub>,A<sub>9</sub>,A<sub>13</sub>)
- 6 (3R,4R,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-5-[4-O-Acyl-
- 7 2,6-dideoxy-3-C-methyl-α-L-ribo-hexopyranosyl-(1→4)-
- 8 3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-
- 9 formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-
- 10 10,12-dien-15-olide
- 11 ロイコマイシンA<sub>1</sub> : acyl=3-methylbutanoyl
- 12 ロイコマイシンA<sub>5</sub> : acyl=butanoyl
- 13 ロイコマイシンA<sub>7</sub> : acyl=propanoyl
- 14 ロイコマイシンA<sub>9</sub> : acyl=acetyl
- 15 ロイコマイシンA<sub>13</sub> : acyl=hexanoyl

- 16 (ロイコマイシンA<sub>3</sub>,A<sub>4</sub>,A<sub>6</sub>,A<sub>8</sub>)
- 17 (3R,4R,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-3-Acetoxy-5-
- 18 [4-O-acyl-2,6-dideoxy-3-C-methyl-α-L-ribo-
- 19 hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-
- 20 glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-
- 21 8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide
- 22 ロイコマイシンA<sub>3</sub> : acyl=3-methylbutanoyl
- 23 ロイコマイシンA<sub>4</sub> : acyl=butanoyl
- 24 ロイコマイシンA<sub>6</sub> : acyl=propanoyl
- 25 ロイコマイシンA<sub>8</sub> : acyl=acetyl
- 26 [1392-21-8, キタサマイシン]

27 本品は、*Streptomyces kitasatoensis*の培養によって得ら

28 れる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物であ

29 る。

30 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり1450～

31 1700μg(力価)を含む。ただし、本品の力価はロイコマイシ

32 ンA<sub>5</sub>(C<sub>39</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>14</sub>: 771.93)としての量をキタサマイシン質

33 量(力価)で表し、キタサマイシン1mg(力価)はロイコマイシ

34 ンA<sub>5</sub>(C<sub>39</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>14</sub>)0.530mgに対応する。

35 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

36 本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール(95)に

37 極めて溶けやすく、水にほとんど溶けない。

38 確認試験 本品のメタノール溶液(1→40000)につき、紫外可

39 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本

40 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両

41 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認

42 める。

43 成分含量比 本品0.02gを薄めたアセトニトリル(1→2)に溶か

44 して20mLとし、試料溶液とする。試料溶液5μLにつき、次

45 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、

46 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率

47 法によりロイコマイシンA<sub>5</sub>、ロイコマイシンA<sub>4</sub>及びロイコ

48 マイシンA<sub>1</sub>の量を求めるとき、それぞれ40～70%、5～25%

49 及び3～12%である。ただし、ロイコマイシンA<sub>4</sub>及びロイコ

50 マイシンA<sub>1</sub>のロイコマイシンA<sub>5</sub>に対する相対保持時間は約

51 1.2及び約1.5である。

52 試験条件

53 検出器：紫外吸光度計(測定波長：232nm)

54 カラム：内径4.0mm、長さ15cmのステンレス管に5μm

55 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ

56 ゲルを充てんする。

57 カラム温度：40℃付近の一定温度

58 移動相：酢酸アンモニウム溶液(77→5000)に薄めたリ

59 ン酸(1→150)を加えてpH5.5に調整した液370mLにメ

60 タノール580mL及びアセトニトリル50mLを加える。

61 流量：ロイコマイシンA<sub>5</sub>の保持時間が約8分になるよう

62 に調整する。

63 面積測定範囲：ロイコマイシンA<sub>5</sub>の保持時間の約3倍の

64 範囲

65 システム適合性

66 システムの性能：ロイコマイシンA<sub>5</sub>標準品約20mg及び

67 ジョサマイシン標準品約20mgを薄めたアセトニトリ

68 ル(1→2)20mLに溶かす。この液5μLにつき、上記の

69 条件で操作するとき、ロイコマイシンA<sub>5</sub>、ジョサマ

70 イシンの順に溶出し、その分離度は5以上である。

71 システムの再現性：試料溶液5μLにつき、上記の条件で

72 試験を6回繰り返すとき、ロイコマイシンA<sub>5</sub>のピーク

73 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

74 水分(2.48) 3.0%以下(0.1g、容量滴定法、直接滴定)。

75 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法

76 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

77 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

78 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

79 (iii) 標準溶液 ロイコマイシンA<sub>5</sub>標準品約30mg(力価)に対

80 応する量を精密に量り、メタノール10mLに溶かし、更に水

81 を加えて100mLとし、標準原液とする。標準原液は5℃以下

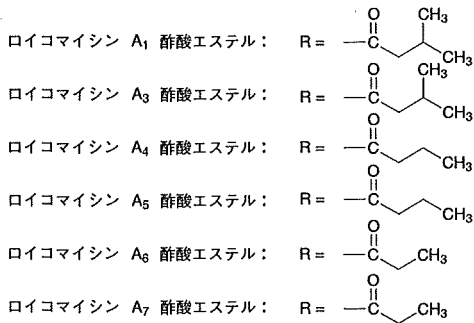
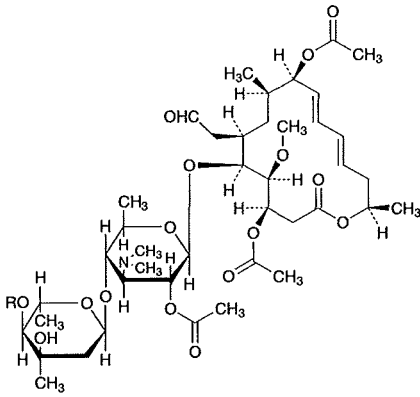
## 2 キタサマイシン

- 82 に保存し、3日以内に使用する。用時、標準原液適量を正確  
83 に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30 $\mu$ g(力  
84 価)及び7.5 $\mu$ g(力価)を含むように薄め、それぞれ高濃度標準  
85 溶液及び低濃度標準溶液とする。
- 86 (iv) 試料溶液 本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量  
87 り、メタノール10mLに溶かし、更に水を加えて100mLとす  
88 る。この液適量を正確に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液を加  
89 えて1mL中に30 $\mu$ g(力価)及び7.5 $\mu$ g(力価)を含むように薄め、  
90 それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。
- 91 貯法 容器 気密容器。

1 キタサマイシン酢酸エステル

1 キタサマイシン酢酸エステル

- 2 Kitasamycin Acetate
- 3 アセチルキタサマイシン
- 4 アセチルロイコマイシン
- 5 ロイコマイシン酢酸エステル



- 7 (3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3,9-
- 8 Diacetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- $\alpha$ -
- 9 *L*-ribo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-2-*O*-acetyl-3,6-dideoxy-
- 10 3-dimethylamino- $\beta$ -*D*-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-
- 11 4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide
- 12 ロイコマイシンA<sub>1</sub>酢酸エステル: acyl=3-methylbutanoyl
- 13 ロイコマイシンA<sub>3</sub>酢酸エステル: acyl=3-methylbutanoyl
- 14 ロイコマイシンA<sub>4</sub>酢酸エステル: acyl=butanoyl
- 15 ロイコマイシンA<sub>5</sub>酢酸エステル: acyl=butanoyl
- 16 ロイコマイシンA<sub>6</sub>酢酸エステル: acyl=propanoyl
- 17 ロイコマイシンA<sub>7</sub>酢酸エステル: acyl=propanoyl
- 18 [178234-32-7, キタサマイシン酢酸エステル]

- 19 本品は、キタサマイシンの誘導体である。
- 20 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり680～
- 21 790 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ロイコマイシ
- 22 ンA<sub>5</sub>(C<sub>39</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>14</sub>: 771.93)としての量をキタサマイシンの
- 23 質量(力価)で表し、キタサマイシン1mg(力価)はロイコマイ
- 24 シンA<sub>5</sub>(C<sub>39</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>14</sub>)0.530mgに対応する。
- 25 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。
- 26 本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく、
- 27 水にほとんど溶けない。
- 28 確認試験
- 29 (1) 本品のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 40000)につき、紫外可視
- 30 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品

- 31 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者
- 32 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め
- 33 る。
- 34 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
- 35 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
- 36 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同
- 37 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- 38 水分(2.48) 5.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。
- 39 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法
- 40 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。
- 41 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。
- 42 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。
- 43 (iii) 標準溶液 ロイコマイシンA<sub>5</sub>標準品約30mg(力価)に対
- 44 応する量を精密に量り、メタノール10mLに溶かし、水を加
- 45 えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液は5 $^{\circ}$ C以
- 46 下に保存し、3日以内に使用する。用時、標準原液適量を正
- 47 確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中
- 48 に30 $\mu$ g(力価)及び7.5 $\mu$ g(力価)を含むように薄め、高濃度標
- 49 準溶液及び低濃度標準溶液とする。
- 50 (iv) 試料溶液 本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量
- 51 り、メタノール25mLに溶かし、水を加えて正確に50mLと
- 52 し、よく振り混ぜた後、37 $\pm$ 2 $^{\circ}$ Cで24時間放置する。この液
- 53 適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加
- 54 えて1mL中に30 $\mu$ g(力価)及び7.5 $\mu$ g(力価)を含むように薄め、
- 55 高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。
- 56 貯法 容器 気密容器。

1 キタサマイシン酒石酸塩

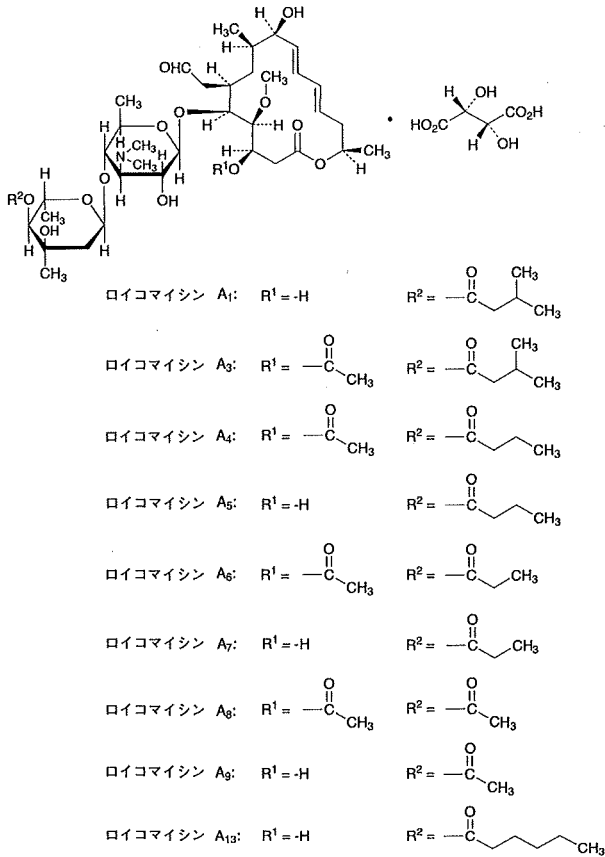
1 キタサマイシン酒石酸塩

2 Kitasamycin Tartrate

3 酒石酸キタサマイシン

4 酒石酸ロイコマイシン

5 ロイコマイシン酒石酸塩



6

7 (ロイコマイシンA<sub>1</sub>,A<sub>5</sub>,A<sub>7</sub>,A<sub>9</sub>,A<sub>13</sub>酒石酸塩)  
 8 (3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-  
 9 2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- $\alpha$ -*L*-ribo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-  
 10 3,6-dideoxy-3-dimethylamino- $\beta$ -*D*-glucopyranosyloxy]-6-  
 11 formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-  
 12 10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

13 ロイコマイシンA<sub>1</sub>酒石酸塩: acyl=3-methylbutanoyl  
 14 ロイコマイシンA<sub>5</sub>酒石酸塩: acyl=butanoyl  
 15 ロイコマイシンA<sub>7</sub>酒石酸塩: acyl=propanoyl  
 16 ロイコマイシンA<sub>9</sub>酒石酸塩: acyl=acetyl  
 17 ロイコマイシンA<sub>13</sub>酒石酸塩: acyl=hexanoyl

18 (ロイコマイシンA<sub>3</sub>,A<sub>4</sub>,A<sub>6</sub>,A<sub>8</sub>酒石酸塩)  
 19 (3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-  
 20 [4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- $\alpha$ -*L*-ribo-  
 21 hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino- $\beta$ -*D*-  
 22 glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-  
 23 8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-  
 24 tartrate

25 ロイコマイシンA<sub>3</sub>酒石酸塩: acyl=3-methylbutanoyl  
 26 ロイコマイシンA<sub>4</sub>酒石酸塩: acyl=butanoyl  
 27 ロイコマイシンA<sub>6</sub>酒石酸塩: acyl=propanoyl

28 ロイコマイシンA<sub>8</sub>酒石酸塩: acyl=acetyl

29 [37280-56-1, キタサマイシン酒石酸塩]

30 本品は、キタサマイシンの酒石酸塩である。

31 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり1300  
 32  $\mu\text{g}$ (力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、ロイコマイ  
 33 シンA<sub>5</sub>(C<sub>39</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>14</sub>: 771.93)としての量をキタサマイシンの  
 34 質量(力価)で表し、キタサマイシン1mg(力価)はロイコマイ  
 35 シンA<sub>5</sub>(C<sub>39</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>14</sub>)0.530mgに対応する。

36 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

37 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶け  
 38 やすい。

39 確認試験

40 (1) 本品のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 40000)につき、紫外可視  
 41 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
 42 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
 43 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
 44 る。

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

49 (3) 本品1gを水20mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液  
 50 3mLを加え、これに酢酸*n*-ブチル20mLを加えてよく振り  
 51 混ぜた後、水層を分取する。この水層に酢酸*n*-ブチル  
 52 20mLを加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。分取し  
 53 た液は、酒石酸塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

54 pH(2.54) 本品 3.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.0  
 55 ~5.0である。

56 成分含量比 本品20mgを薄めたアセトニトリル(1 $\rightarrow$ 2)に溶か  
 57 して20mLとし、試料溶液とする。試料溶液5 $\mu\text{L}$ につき、次  
 58 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
 59 各々のピーク面積を自動積分法により測定する。面積百分率  
 60 法によりロイコマイシンA<sub>5</sub>、ロイコマイシンA<sub>4</sub>及びロイコ  
 61 マイシンA<sub>1</sub>の量を求めるとき、それぞれ40~70%、5~25%  
 62 及び3~12%である。ただし、ロイコマイシンA<sub>4</sub>及びロイコ  
 63 マイシンA<sub>1</sub>のロイコマイシンA<sub>5</sub>に対する相対保持時間は約  
 64 1.2及び約1.5である。

65 試験条件

66 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 232nm)  
 67 カラム: 内径4.0mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu\text{m}$   
 68 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
 69 ゲルを充てんする。

70 カラム温度: 40°C付近の一定温度

71 移動相: 酢酸アンモニウム溶液(77 $\rightarrow$ 5000)に薄めたリ  
 72 ン酸(1 $\rightarrow$ 150)を加えてpH5.5に調整する。この液  
 73 370mLにメタノール580mL及びアセトニトリル  
 74 50mLを加える。

75 流量: ロイコマイシンA<sub>5</sub>の保持時間が約8分になるよう  
 76 に調整する。

77 面積測定範囲: ロイコマイシンA<sub>5</sub>の保持時間の約3倍の  
 78 範囲

79 システム適合性

80 システムの性能: ロイコマイシンA<sub>5</sub>標準品20mg及びジ



## 2 キタサマイシン酒石酸塩

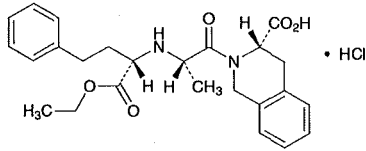
- 81 ョサマイシン標準品20mgを薄めたアセトニトリル(1  
82 →2)20mLに溶かす。この液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
83 で操作するとき、ロイコマイシンA<sub>5</sub>、ジョサマイシ  
84 ンの順に溶出し、その分離度は5以上である。  
85 システムの再現性：試料溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
86 試験を6回繰り返すとき、ロイコマイシンA<sub>5</sub>のピーク  
87 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 88 純度試験
- 89 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
90 明～淡黄色澄明である。
- 91 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
92 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
93 下)。
- 94 水分 (2.48) 3.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。
- 95 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
96 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。
- 97 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。
- 98 (ii) 培地 培地(1)の1)の i を用いる。
- 99 (iii) 標準溶液 ロイコマイシンA<sub>5</sub>標準品約30mg(力価)に対  
100 応する量を精密に量り、メタノール10mLに溶かし、水を加  
101 えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液は5℃以  
102 下に保存し、3日以内に使用する。用時、標準原液適量を正  
103 確に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
104 30 $\mu$ g(力価)及び7.5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準  
105 溶液及び低濃度標準溶液とする。
- 106 (iv) 試料溶液 本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量  
107 り、水に溶かして正確に100mLとする。この液適量を正確  
108 に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30 $\mu$ g(力  
109 価)及び7.5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び  
110 低濃度試料溶液とする。
- 111 貯法 容器 気密容器。

1 キナプリル塩酸塩

1 キナプリル塩酸塩

2 Quinapril Hydrochloride

3 塩酸キナプリル



4

5  $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$  : 474.98

6 (3S)-2-((2S)-2-((1S)-1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropyl)

7 amino)propanoyl)-1,2,3,4-tetrahydroisoquinoline-3-carboxylic acid

8 monohydrochloride

9 [82586-55-8]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、キナプリル  
11 塩酸塩( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の粉末である。

13 本品はメタノールに極めて溶けやすく、水又はエタノール  
14 (99.5)に溶けやすく、酢酸(100)にやや溶けやすい。

15 本品は潮解性である。

16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→2000)につき、紫外可視吸  
18 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
19 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
20 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
26 する。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +14.4~+16.0°(脱水物に換算した  
28 もの0.5g, メタノール, 25mL, 100mm)。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品50mgをpH7.0のリン酸塩緩衝液/液  
34 体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)50mLに  
35 溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、pH7.0  
36 のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリ  
37 ル混液(1:1)を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。  
38 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
39 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
40 れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、  
41 試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約0.5及び約2.0  
42 のピーク面積は、標準溶液のキナプリルのピーク面積より大  
43 きくなく、試料溶液のキナプリル及び上記以外のピークの面  
44 積は、標準溶液のキナプリルのピーク面積の2/5より大き  
45 くない。また、試料溶液のキナプリル以外のピークの合計面  
46 積は、標準溶液のキナプリルのピーク面積の3倍より大きく  
47 ない。

48 試験条件

49 検出器：紫外吸光度計(測定波長：214nm)

50 カラム：内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
51 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
52 カゲルを充てんする。

53 カラム温度：25℃付近の一定温度

54 移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液を25℃以  
55 上に保ちながら過塩素酸を加えてpH2.0に調整する。

56 この液1000mLに液体クロマトグラフィー用アセトニ  
57 トリル1000mLを加える。

58 流量：キナプリルの保持時間が約7分になるように調整  
59 する。

60 面積測定範囲：溶媒のピークの後からキナプリルの保持  
61 時間の約4倍の範囲

62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、pH7.0のリン  
64 酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニト  
65 リル混液(1:1)を加えて正確に100mLとする。この  
66 液10 $\mu$ Lから得たキナプリルのピーク面積が、標準溶  
67 液のキナプリルのピーク面積の7~13%になることを  
68 確認する。

69 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
70 操作するとき、キナプリルのピークの理論段数及びシン  
71 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下で  
72 ある。

73 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、キナプリルのピーク面積  
75 の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 (3) 残留溶媒 別に規定する。

77 水分(2.48) 1.0%以下(0.2g, 電量滴定法)。

78 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

79 定量法 本操作は本品を溶かした後、3分以内に滴定を開始す  
80 る。本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)70mLに溶かし、硝  
81 酸ピスマス試液4mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定  
82 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
83 正する。

84 0.1mol/L過塩素酸1mL=47.50mg  $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$

85 貯法

86 保存条件 冷所に保存する。

87 容器 気密容器。

# 1 キナプリル塩酸塩錠

## 1 キナプリル塩酸塩錠

### 2 Quinapril Hydrochloride Tablets

#### 3 塩酸キナプリル錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 キナプリル塩酸塩( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ ; 474.98)を含む。

6 製法 本品は「キナプリル塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「キナプリル塩酸  
9 塩」20mgに対応する量を取り、メタノール10mLを加えて5  
10 分間かき混ぜた後、遠心分離する。上澄液5mLを量り、希  
11 塩酸0.5mLを加えた後、メタノールを加えて20mLとした液  
12 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト  
13 ルを測定するとき、波長256～260nm, 262～266nm及び  
14 269～273nmに吸収の極大を示す。

15 純度試験 定量法の上澄液をとり、表示量に従い1mL中に  
16 「キナプリル塩酸塩」0.2mgを含む液となるようにpH7.0の  
17 リン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
18 混液(1:1)を加え、試料溶液とする。この液3mLを正確に量  
19 り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用ア  
20 セトニトリル混液(1:1)を加えて正確に200mLとし、標準  
21 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
22 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
23 う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測  
24 定するとき、試料溶液のキナプリルに対する相対保持時間約  
25 0.5のピーク面積は、標準溶液のキナプリルのピーク面積の2  
26 倍より大きくなく、試料溶液のキナプリルに対する相対保持  
27 時間約2.0のピーク面積は、標準溶液のキナプリルのピーク  
28 面積より大きくない。

#### 29 試験条件

30 「キナプリル塩酸塩」の純度試験(2)の試験条件を準用  
31 する。

#### 32 システム適合性

33 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
34 操作するとき、キナプリルのピークの理論段数及びシン  
35 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下で  
36 ある。

37 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
38 で試験を6回繰り返すとき、キナプリルのピーク面積  
39 の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

42 本品1個をとり、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマト  
43 グラフィー用アセトニトリル混液(1:1)3V/5 mLを加え、  
44 激しくかき混ぜて崩壊させ、更に10分間かき混ぜた後、  
45 1mL中にキナプリル塩酸塩( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ )約0.22mgを  
46 含む液となるようにpH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマト  
47 グラフィー用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確にV  
48 mLとし、遠心分離する。上澄液15mLを正確に量り、内標  
49 準溶液2mLを正確に加え、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体ク  
50 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)を加えて  
51 50mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

52 キナプリル塩酸塩( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$53 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 120$$

54  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用キナプリル塩酸塩の秤取量  
55 (mg)

56 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのpH7.0のリン酸  
57 塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混  
58 液(1:1)溶液(1→800)

59 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
60 毎分75回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
61 80%以上である。

62 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
63 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
64 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
65 正確に量り、表示量に従い1mL中にキナプリル塩酸塩  
66 ( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ )約1.2 $\mu$ gを含む液となるようにpH7.0の  
67 リン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
68 混液(1:1)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別  
69 に定量用キナプリル塩酸塩(別途「キナプリル塩酸塩」と同  
70 様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約24mgを精密に量  
71 り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用ア  
72 セトニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に200mLとする。  
73 この液2mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体ク  
74 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確  
75 に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
76 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
77 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のキナプリルの  
78 ピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

79 キナプリル塩酸塩( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出  
80 率(%)

$$81 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

82  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用キナプリル塩酸塩の秤取量  
83 (mg)

84 C: 1錠中のキナプリル塩酸塩( $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$ )の表示  
85 量(mg)

#### 86 試験条件

87 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 214nm)

88 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
89 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
90 リカゲルを充てんする。

91 カラム温度: 25°C付近の一定温度

92 移動相: 0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液を25°C以  
93 上に保ちながら過塩素酸を加えてpH2.0に調整する。

94 この液1000mLに液体クロマトグラフィー用アセトニ  
95 トリル1500mLを加える。

96 流量: キナプリルの保持時間が約7分になるように調整  
97 する。

#### 98 システム適合性

99 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
100 操作するとき、キナプリルのピークの理論段数及びシン  
101 ンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下で  
102 ある。

## 2 キナプリル塩酸塩錠

103 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
104 で試験を6回繰り返すとき、キナプリルのピーク面積  
105 の相対標準偏差は2.0%以下である。

106 定量法 本品20個をとり、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロ  
107 マトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)300mLを加え、  
108 激しくかき混ぜて崩壊させ、更に10分間かき混ぜた後、  
109 pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセト  
110 ニトリル混液(1:1)を加えて正確に500mLとする。この液  
111 を遠心分離し、キナプリル塩酸塩(C<sub>25</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·HCl)約  
112 6.5mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り、内標準  
113 溶液4mLを正確に加え、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロ  
114 マトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)を加えて  
115 100mLとし、試料溶液とする。別に定量用キナプリル塩酸  
116 塩(別途「キナプリル塩酸塩」と同様の方法で水分(2.48)を  
117 測定しておく)約25mgを精密に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝  
118 液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)に  
119 溶かし、正確に100mLとする。この液25mLを正確に量り、  
120 内標準溶液4mLを正確に加え、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液  
121 体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)を加えて  
122 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ L  
123 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
124 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するキナプリルの  
125 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

126 本品1個中のキナプリル塩酸塩(C<sub>25</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>·HCl)の量(mg)  
127  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 25 / 4$

128  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用キナプリル塩酸塩の秤取量  
129 (mg)

130 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのpH7.0のリン酸  
131 塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混  
132 液(1:1)溶液(1→800)

133 試験条件

134 検出器：紫外吸光度計(測定波長：214nm)

135 カラム：内径6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
136 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
137 カゲルを充てんする。

138 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

139 移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液を25 $^{\circ}$ C以  
140 上に保ちながら過塩素酸を加えてpH2.0に調整する。

141 この液1000mLに液体クロマトグラフィー用アセトニ  
142 トリル1000mLを加える。

143 流量：キナプリルの保持時間が約7分になるように調整  
144 する。

145 システム適合性

146 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
147 操作するとき、キナプリル、内標準物質の順に溶出し、  
148 その分離度は6以上である。

149 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
150 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
151 に対するキナプリルのピーク面積の比の相対標準偏差  
152 は1.0%以下である。

153 貯法 容器 気密容器。

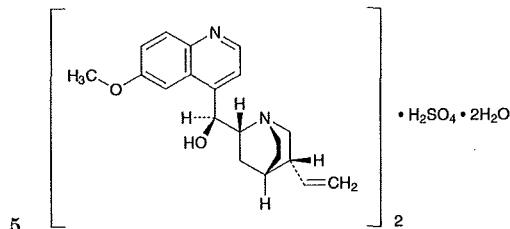
1 キニジン硫酸塩水和物

1 キニジン硫酸塩水和物

2 Quinidine Sulfate Hydrate

3 キニジン硫酸塩

4 硫酸キニジン



6  $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$  : 782.94

7 (9S)-6'-Methoxycinchonan-9-ol hemisulfate

8 monohydrate

9 [6591-63-5]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、キニジン硫酸塩  
11  $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 : 746.91]98.5\%$ 以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶で、においはなく、味は極めて苦い。

13 本品はエタノール(95)又は熱湯に溶けやすく、水にやや溶  
14 けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。また、本  
15 品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい。

16 本品は光によって徐々に暗色となる。

17 旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +275 ~ +287° (乾燥後, 0.5g,  
18 0.1mol/L塩酸, 25mL, 100mm)。

19 確認試験

20 (1) 本品0.01gに水10mL及び希硫酸2~3滴を加えて溶か  
21 した液は青色の蛍光を発する。

22 (2) 本品の水溶液(1→1000)5mLに臭素試液1~2滴及びア  
23 ンモニア試液1mLを加えるとき、液は緑色を呈する。

24 (3) 本品の水溶液(1→100)5mLに硝酸銀試液1mLを加え、  
25 ガラス棒でかき混ぜ、しばらく放置するとき、白色の沈殿を  
26 生じ、これに硝酸を滴加するとき、溶ける。

27 (4) 本品0.4gに水20mL及び希塩酸1mLを加えて溶かした  
28 液は、硫酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

29 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに  
30 溶かした液のpHは6.0~7.0である。

31 純度試験

32 (1) クロロホルム・エタノール不溶物 本品2.0gにクロロ  
33 ホルム/エタノール(99.5)混液(2:1)15mLを加えて50°Cで  
34 10分間加温し、冷後、質量既知のガラスろ過器(G4)を用い  
35 て弱く吸引ろ取し、残留物をクロロホルム/エタノール  
36 (99.5)混液(2:1)10mLずつで5回洗い、105°Cで1時間乾燥す  
37 るとき、その量は2.0mg以下である。

38 (2) 類縁物質 本品20mgをとり、移動相に溶かし、正確  
39 に100mLとし、試料溶液とする。別にシンコニン25mgをと  
40 り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを  
41 正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液  
42 とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次  
43 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
44 試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面  
45 積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジヒドロキニジ

46 ン硫酸塩は15.0%以下であり、キニーネ硫酸塩及びジヒドロ  
47 キニーネ硫酸塩は、それぞれ1.0%以下である。また、主ピ  
48 ーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液  
49 のシンコニンのピーク面積より大きくない。

50 操作条件

51 検出器：紫外吸光度計(測定波長：235nm)

52 カラム：内径約4mm、長さ約25cmのステンレス管に  
53 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
54 ル化シリカゲルを充てんする。

55 温度：室温

56 移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/  
57 ジエチルアミン溶液(1→10)混液(43:5:1:1)

58 流量：キニジンの保持時間が約10分になるように調整  
59 する。

60 カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ0.01gずつをメタ  
61 ノール5mLに溶かし、移動相を加えて50mLとする。

62 この液50μLにつき、上記の条件で操作するとき、キ  
63 ニジン、キニーネ、ジヒドロキニジン、ジヒドロキニ

64 ーネの順に溶出し、キニジンとキニーネ及びキニーネ  
65 とジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ1.2以上のもの  
66 を用いる。

67 検出感度：標準溶液50μLから得たシンコニンのピーク  
68 高さが5~10mmになるように調整する。

69 面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニジンの保持時  
70 間の約2倍の範囲

71 (3) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.20gをとり、試験を行う。

72 液の色は色の比較液Mより濃くない。

73 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(1g, 130°C, 3時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

75 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
76 (100)20mLに溶かし、無水酢酸80mLを加え、0.1mol/L過塩  
77 素酸で滴定(2.50)する(指示薬：クリスタルバイオレット試  
78 液3滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色  
79 に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

80 0.1mol/L過塩素酸1mL=24.90mg  $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

81 貯法

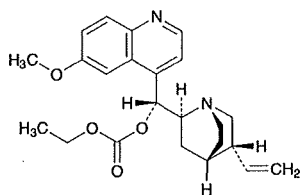
82 保存条件 遮光して保存する。

83 容器 密閉容器。

1 キニーネエチル炭酸エステル

2 Quinine Ethyl Carbonate

3 エチル炭酸キニーネ



4

5  $C_{23}H_{28}N_2O_4$  : 396.48

6 Ethyl(8*S*,9*R*)-6'-methoxycinchonan-9-yl carbonate

7 [83-75-0]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、キニーネエチル炭酸エステル( $C_{23}H_{28}N_2O_4$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶で、においはなく、味は初めないが、徐々に苦くなる。

12 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

15 本品は希塩酸に溶ける。

16 確認試験

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

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

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -42.2~-44.0°(脱水物に換算したものの0.5g, メタノール, 50mL, 100mm)。

28 融点(2.60) 91~95°C

29 純度試験

30 (1) 塩化物 本品0.30gに希硝酸10mL及び水20mLを加えて溶かし、その5mLに硝酸銀試液2~3滴を加えるとき、液は変化しない。

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gに希塩酸5mL及び水を加えて溶かし、50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸5mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)。

37 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

40 (4) 類縁物質 本品20mgをとり、移動相に溶かし、正確に100mLとし、試料溶液とする。別に硫酸キニーネ25mgをとり、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、

47 面積百分率法によりキニーネエチル炭酸エステルに対する相対保持時間約1.2に溶出する主不純物の量を求めるとき、48 10.0%以下である。また、主ピーク及び上記のピーク以外の49 ピークの合計面積は、標準溶液のキニーネのピーク面積より50 大きくない。

52 操作条件

53 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

54 カラム：内径約4mm, 長さ約15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

57 カラム温度：40°C付近の一定温度

58 移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.2gを水/メタノール混液(1:1)1000mLに溶かし、薄めたリン酸(1→20)を加えてpH3.5に調整する。

61 流量：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間が約20分になるように調整する。

63 カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ5mgずつを移動相に溶かし、50mLとする。この液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、キニーネ、ジヒドロキニーネ、キニーネエチル炭酸エステル、キニーネエチル炭酸エステルの主不純物の順に溶出し、キニーネとジヒドロキニーネの分離度が2.7以上、キニーネとキニーネエチル炭酸エステルの分離度が5以上のものを用いる。

70 検出感度：標準溶液10μLから得たキニーネのピーク高さが5~10mmになるように調整する。

72 面積測定範囲：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間の約2倍の範囲

74 水分(2.48) 3.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

76 定量法 本品約0.3gを精密に量り、酢酸(100)60mLに溶かし、無水酢酸2mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

79 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.82mg  $C_{23}H_{28}N_2O_4$

80 貯法 容器 密閉容器。

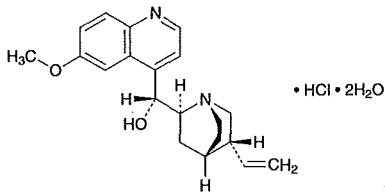
1 キニーネ塩酸塩水和物

1 キニーネ塩酸塩水和物

2 Quinine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸キニーネ

4 キニーネ塩酸塩



5

6 C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> • HCl • 2H<sub>2</sub>O : 396.91

7 (8*S*,9*R*)-6'-Methoxycinchonan-9-ol monohydrochloride

8 dihydrate

9 [6119-47-7]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、キニーネ塩酸塩  
11 (C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> • HCl : 360.88)98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶で、においはなく、味は極めて苦い。  
13 本品はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく、酢酸(100)、  
14 無水酢酸又はエタノール(95)に溶けやすく、水にやや溶けや  
15 ずく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。また、本品の  
16 乾燥物はクロロホルムに溶けやすい。  
17 本品は光によって徐々に褐色になる。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→50)は蛍光を発しないが、その1mL  
20 に水100mL及び希硫酸1滴を加えるとき、青色の蛍光を發す  
21 ずる。  
22 (2) 本品の水溶液(1→1000)5mLに臭素試液1~2滴及びア  
23 ンモニア試液1mLを加えるとき、液は緑色を呈する。  
24 (3) 本品の水溶液(1→50)5mLに希硝酸1mL及び硝酸銀試  
25 液1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、  
26 過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

27 旋光度 (2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -245~-255°(乾燥後, 0.5g,  
28 0.1mol/L塩酸, 25mL, 100mm)。

29 pH (2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに  
30 溶かした液のpHは6.0~7.0である。

31 純度試験

32 (1) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
33 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下)。

34 (2) バリウム塩 本品0.5gに水10mLを加え、加温して溶  
35 かし、希硫酸1mLを加えるとき、液は混濁しない。

36 (3) クロロホルム・エタノール不溶物 本品2.0gにクロロ  
37 ホルム/エタノール(99.5)混液(2 : 1)15mLを加え、50°Cで  
38 10分間加温し、冷後、質量既知のガラスろ過器(G4)を用い  
39 て弱く吸引ろ取し、残留物をクロロホルム/エタノール  
40 (99.5)混液(2 : 1)10mLずつで5回洗い、105°Cで1時間乾燥す  
41 るとき、その量は2.0mg以下である。

42 (4) 類縁物質 本品20mgをとり、移動相に溶かし、正確  
43 に100mLとし、試料溶液とする。別にシンコニジン25mgを  
44 とり、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液2mL  
45 を正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶  
46 液とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、

47 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
48 う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、  
49 面積百分率法により塩酸ジヒドロキニーネの量を求めるとき、  
50 10.0%以下である。また、主ピーク及び上記のピーク以外の  
51 ピークの合計面積は、標準溶液のシンコニジンのピーク面積  
52 より大きくない。

53 操作条件

54 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 235nm)

55 カラム : 内径約4mm, 長さ約25cmのステンレス管に  
56 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
57 ル化シリカゲルを充てんする。

58 カラム温度 : 室温

59 移動相 : 水/アセトニトリル/メタンсульホン酸試液/  
60 ジエチルアミン溶液(1→10)混液(43 : 5 : 1 : 1)

61 流量 : キニーネの保持時間が約10分になるように調整  
62 する。

63 カラムの選定 : 本品及び硫酸キニジン10mgずつをメタ  
64 ノール5mLに溶かし、更に移動相を加えて50mLとす  
65 る。この液50μLにつき、上記の条件で操作するとき、  
66 キニジン、キニーネ、ジヒドロキニジン、ジヒドロキ  
67 ニーネの順に溶出し、キニジンとキニーネ及びキニー  
68 ネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ1.2以上の  
69 ものをを用いる。

70 検出感度 : 標準溶液50μLから得たシンコニジンのピー  
71 ク高さが5~10mmになるように調整する。

72 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からキニーネの保持時  
73 間の約2倍の範囲

74 (5) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.25gをとり、試験を行う。  
75 液の色は色の比較液Mより濃くない。

76 乾燥減量 (2.41) 10.0%以下(1g, 105°C, 5時間)。

77 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

78 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸/  
79 酢酸(100)混液(7 : 3)100mLを加え、加温して溶かし、冷後、  
80 0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の  
81 方法で空試験を行い、補正する。

82 0.1mol/L過塩素酸1mL=18.04mg C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> • HCl

83 貯法

84 保存条件 遮光して保存する。

85 容器 密閉容器。

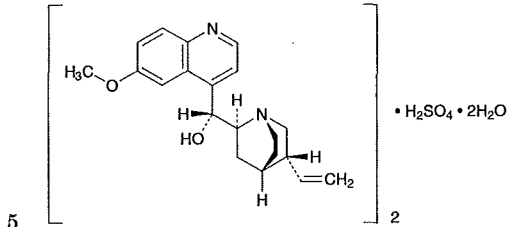
# 1 キニーネ硫酸塩水和物

## 1 キニーネ硫酸塩水和物

2 Quinine Sulfate Hydrate

3 キニーネ硫酸塩

4 硫酸キニーネ



6  $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$  : 782.94

7 (8*S*,9*R*)-6'-Methoxycinchonan-9-ol hemisulfate

8 monohydrate

9 [6119-70-6]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、キニーネ硫  
11 酸塩 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 : 746.91]98.5\%$ 以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
13 味は極めて苦い。

14 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水、エタノール(95)、エ  
15 タノール(99.5)又はクロロホルムに溶けにくく、ジエチルエ  
16 ーテルにほとんど溶けない。

17 本品は光によって徐々に褐色となる。

### 18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→20000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
22 トルは同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
24 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
25 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
26 同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品0.4gを水20mL及び希塩酸1mLに溶かした液は、  
28 硫酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20} : -235 \sim -245^\circ$ (乾燥後, 0.5g,  
30 0.1mol/L塩酸, 25mL, 100mm)。

31 pH(2.54) 本品2.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加  
32 えて振り混ぜ、ろ過した液のpHは5.5~7.0である。

### 33 純度試験

34 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
36 下)。

37 (2) クロロホルム・エタノール不溶物 本品2.0gにクロロ  
38 ホルム/エタノール(99.5)混液(2:1)15mLを加えて50℃で  
39 10分間加温し、冷後、質量既知のガラスろ過器(G4)を用い  
40 て弱く吸引ろ取し、残留物をクロロホルム/エタノール  
41 (99.5)混液(2:1)10mLずつで5回洗い、105℃で1時間乾燥す  
42 るとき、その量は2.0mg以下である。

43 (3) 類縁物質 本品20mgをとり、移動相に溶かし、正確  
44 に100mLとし、試料溶液とする。別にシンコニジン25mgを  
45 とり、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液2mL

46 を正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶  
47 液とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、  
48 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
49 う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、  
50 面積百分率法によりジヒドロキニーネ硫酸塩の量を求めると  
51 き、5%以下である。また、主ピーク及び上記のピーク以外  
52 のピークの合計面積は、標準溶液のシンコニジンのピーク面  
53 積より大きくない。

### 54 操作条件

55 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 235nm)

56 カラム: 内径約4mm, 長さ約25cmのステンレス管に  
57 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
58 ル化シリカゲルを充てんする。

59 温度: 室温

60 移動相: 水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/  
61 ジエチルアミン溶液(1→10)混液(43:5:1:1)

62 流量: キニーネの保持時間が約10分になるように調整  
63 する。

64 カラムの選定: 本品及び硫酸キニジン0.01gずつをメタ  
65 ノール5mLに溶かし、移動相を加えて50mLとする。  
66 この液50μLにつき、上記の条件で操作するとき、キ  
67 ニジン、キニーネ、ジヒドロキニジン、ジヒドロキニ  
68 ーネの順に溶出し、キニジンとキニーネ及びキニーネ  
69 とジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ1.2以上のもの  
70 を用いる。

71 検出感度: 標準溶液50μLから得たシンコニジンのピー  
72 ク高さが5~10mmになるように調整する。

73 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からキニーネの保持時  
74 間の約2倍の範囲

75 乾燥減量(2.41) 3.0~5.0%(1g, 105℃, 3時間)。

76 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

77 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)20mLに溶かし、  
78 無水酢酸80mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
79 (指示薬: クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定  
80 の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。  
81 同様の方法で空試験を行い、補正する。

82 0.1mol/L過塩素酸1mL=24.90mg  $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

### 83 貯法

84 保存条件 遮光して保存する。

85 容器 密閉容器。



1 牛脂

1 牛脂

2 Beef Tallow

3 SEVUM BOVINUM

4 本品はウシ *Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin  
5 (*Bovidae*)の新鮮な脂肪組織に水を加え、加熱して溶出し、  
6 精製して得た脂肪である。

7 性状 本品は白色均質の塊で、わずかに特異なおいがあり、  
8 味は緩和である。

9 本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく、  
10 エタノール(95)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

11 本品は低温で砕くことができるが、30℃以上で軟化する。

12 融点：42～50℃

13 酸価 (1.13) 2.0以下。

14 けん化価 (1.13) 193～200

15 ヨウ素価 (1.13) 33～50(試料がシクロヘキサン20mLで溶け  
16 ない場合は、共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす。そ  
17 れでも溶けない場合は、溶剂量を増やす。)

18 純度試験

19 (1) 水分及び着色度 本品5.0gを水浴上で加熱して溶かす  
20 とき、液は澄明で、水を分離析出しない。また、この液を  
21 10mmの層として観察するとき、無色～わずかに黄色である。

22 (2) アルカリ 本品2.0gに水10mLを加え、水浴上で加温  
23 して溶かし、強く振り混ぜる。冷後、分離した水液にフェノ  
24 ールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は無色である。

25 (3) 塩化物 本品1.5gにエタノール(95)30mLを加え、還  
26 流冷却器を付け、10分間煮沸する。冷後、ろ過し、ろ液  
27 20mLに硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加えると  
28 き、液の混濁は次の比較液より濃くない。

29 比較液：0.01mol/L塩酸1.0mLにエタノール(95)を加えて  
30 20mLとし、硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を  
31 加える。

32 貯法 容器 密閉容器。

1 乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン

1 乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン

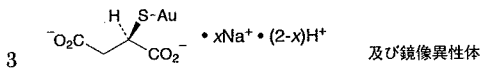
2 Freeze-dried Inactivated Tissue Culture Rabies Vaccine

- 3 本品は不活化した狂犬病ウイルスを含む乾燥製剤である。  
4 本品は生物学的製剤基準の乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチンの条に適合する。  
6 性状 本品は溶剤を加えるとき、無色又は淡黄赤色の澄明な液  
7 となる。

1 金チオリンゴ酸ナトリウム

1 金チオリンゴ酸ナトリウム

2 Sodium Aurothiomalate



- 4 C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>AuNa<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S : 390.08とC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>AuNaO<sub>4</sub>S : 368.09との混合物  
 5 Monogold monosodium monohydrogen(2RS)-2-  
 6 sulfidobutane-1,4-dioate  
 7 Monogold disodium(2RS)-2-sulfidobutane-1,4-dioate  
 8 [12244-57-4, 金チオリンゴ酸ナトリウム]

9 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱エタノール物に  
 10 対し、金(Au : 196.97)49.0~52.5%を含む。

11 性状 本品は白色~淡黄色の粉末又は粒である。  
 12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にほとん  
 13 ど溶けない。  
 14 本品は吸湿性である。  
 15 本品は光によって緑色を帯びた淡黄色となる。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→10)2mLに硝酸カルシウム四水和物  
 18 溶液(1→10)1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じ、これに  
 19 希硝酸を加えるとき、沈殿は溶ける。更に酢酸アンモニウム  
 20 試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

21 (2) 本品の水溶液(1→10)2mLに硝酸銀試液3mLを加える  
 22 とき、黄色の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を加えると  
 23 き、沈殿は溶ける。

24 (3) 本品の水溶液(1→10)2mLを磁製のつぼにとり、アン  
 25 モニア試液1mL及び過酸化水素(30)1mLを加え、蒸発乾固  
 26 した後、強熱する。残留物に水20mLを加えてろ過するとき、  
 27 ろ紙上の残留物は黄色又は暗黄色の粉末又は粒である。

28 (4) (3)のろ液はナトリウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

29 (5) (3)のろ液は硫酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

30 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.8~  
 31 6.5である。

32 純度試験

33 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は淡黄色  
 34 澄明である。

35 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
 36 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
 37 下)。

38 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
 39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 (4) エタノール 本品約0.2gを精密に量り、内標準溶液  
 41 3mLを正確に加え、更に水2mLを加えて溶かし、試料溶液  
 42 とする。別にエタノール(99.5)3mLを正確に量り、水を加え  
 43 て正確に1000mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準  
 44 溶液3mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標  
 45 準溶液2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー  
 46 (2.02)により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピ  
 47 ーク面積に対するエタノールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を  
 48 求めるとき、エタノールの量は3.0%以下である。

49 エタノールの量(mg)=Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>×6×0.793

50 0.793 : 20℃におけるエタノール(99.5)の密度(g/mL)

51 内標準溶液 2-プロパノール溶液(1→500)

52 試験条件

53 検出器 : 水素炎イオン化検出器

54 カラム : 内径3mm, 長さ3mの管に150~180μmのガス  
 55 クロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベン  
 56ゼン共重合体(平均孔径0.0085μm, 300~400m<sup>2</sup>/g)を  
 57 充てんする。

58 カラム温度 : 180℃付近の一定温度

59 キャリヤーガス : 窒素

60 流量 : 内標準物質の保持時間が約7分になるように調整  
 61 する。

62 システム適合性

63 システムの性能 : 標準溶液2μLにつき、上記の条件で操  
 64 作するとき、エタノール、内標準物質の順に流出し、  
 65 その分離度は4以上である。

66 システムの再現性 : 標準溶液2μLにつき、上記の条件で  
 67 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
 68 対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は  
 69 2.0%以下である。

70 水分(2.48) 5.0%以下(0.1g, 電量滴定法)。ただし、水分気  
 71 化装置を用いる(加熱温度 : 105℃, 加熱時間 : 30分)。

72 定量法 本品約25mgを精密に量り、王水2mLを加え、加熱し  
 73 て溶かし、冷後、水を加えて正確に100mLとする。この液  
 74 2mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液  
 75 とする。別に原子吸光光度用金標準液5mL, 10mL及び  
 76 15mLをそれぞれ正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、  
 77 標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。試料溶液、  
 78 標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)につき、次の条件  
 79 で原子吸光光度法(2.23)により試験を行い、標準溶液(1)、  
 80 標準溶液(2)及び標準溶液(3)の濃度と吸光度の関係から得た  
 81 検量線を用いて試料溶液の金含量を求める。

82 使用ガス :

83 可燃性ガス アセチレン

84 支燃性ガス 空気

85 ランプ : 金中空陰極ランプ

86 波長 : 242.8nm

87 貯法

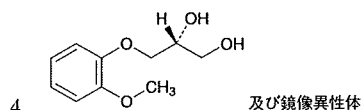
88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 気密容器。

## 1 グアイフェネシン

2 Guaifenesin

3 グアヤコールグリセリンエーテル

5  $C_{10}H_{14}O_4$  : 198.226 (2*RS*)-3-(2-Methoxyphenoxy)propane-1,2-diol

7 [93-14-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、グアイフェネシン  
9 ( $C_{10}H_{14}O_4$ )98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はエタノール(95)に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

12 本品のエタノール(95)溶液(1→20)は旋光性を示さない。

## 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測  
15 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
16 トルと本品の参照スペクトル又はグアイフェネシン標準品に  
17 ついて同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、  
18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
19 認める。

20 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
21 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
22 本品の参照スペクトル又は乾燥したグアイフェネシン標準品  
23 のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
24 のところに同様の強度の吸収を認める。

25 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0~  
26 7.0である。

27 融点(2.60) 80~83°C

## 28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.20gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
30 澄明である。

31 (2) 塩化物(1.03) 本品0.7gに水25mLを加え、加温して  
32 溶かし、冷後、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
33 れを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
34 0.40mLを加える(0.020%以下)。

35 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gに水25mLを加え、加温して  
36 溶かし、冷後、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。こ  
37 れを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
38 える(10ppm以下)。

39 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により、検液を  
40 調製し、試験を行う(2ppm以下)。

41 (5) 遊離グアヤコール 本品1.0gをとり、水25mLを正確  
42 に加え、加温して溶かし、冷後、試料溶液とする。別にグア  
43 ヤコール0.100gをとり、水に溶かし、正確に1000mLとする。  
44 この液3mLを正確に量り、水22mLを正確に加え、標準溶液  
45 とする。試料溶液及び標準溶液にヘキサシアノ鉄(III)酸カリ  
46 ウム試液1.0mL及び4-アミノアンチピリン溶液(1→  
47 200)5.0mLずつを加え、正確に5秒間振り混ぜる。直ちに炭  
48 酸水素ナトリウム溶液(1→1200)を加えて正確に100mLとす

49 る。これらの液につき、4-アミノアンチピリン溶液を加え  
50 たときから正確に15分後に、水25mLを用いて同様に操作し  
51 て得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
52 試験を行うとき、波長500nmにおける試料溶液から得た液  
53 の吸光度は、標準溶液から得た液の吸光度より大きくない。

54 (6) 類縁物質 本品1.0gをエタノール(95)100mLに溶かし、  
55 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正  
56 確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
57 層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
58 及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
59 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチル  
60 エーテル/エタノール(95)/アンモニア水(28)混液(40 :  
61 10 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
62 する。これに噴霧用4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試  
63 液を均等に噴霧した後、110°Cで10分間加熱するとき、試料  
64 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
65 たスポットより濃くない。

66 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

67 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

68 定量法 本品及びグアイフェネシン標準品を乾燥し、その約  
69 60mgずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に  
70 100mLとする。これらの液5mLずつを正確に量り、それぞ  
71 れに水を加えて正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液  
72 とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
73 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得られたそれ  
74 ぞれの液の波長273nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

75 
$$M_S \times A_T = M_T \times A_S$$
76  $M_S$  : グアイフェネシン標準品の秤取量(mg)

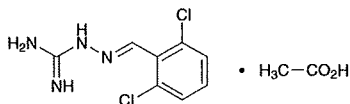
77 貯法 容器 気密容器。

# 1 グアナベンズ酢酸塩

## 1 グアナベンズ酢酸塩

2 Guanabenz Acetate

3 酢酸グアナベンズ



5  $C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$  ; 291.13

6 (*E*)-1-(2,6-Dichlorobenzylideneamino)guanidine monoacetate

7 [23256-50-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、グアナベンズ酢酸塩  
9 ( $C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノール又はエタノー  
12 ル(95)にやや溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテ  
13 ルにほとんど溶けない。

14 本品は光によって徐々に変化する。

15 融点：約190°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→1000)5mLに、尿素16g及び1-ナフ  
18 トール0.2gを薄めたエタノール(5→6)100mLに溶かした液  
19 0.5mLを加え、次に*N*-プロモスクシンイミド試液1mLを加  
20 えるとき、液は紫色を呈する。

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

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

30 (4) 本品0.1gをとり、水5mL及びアンモニア試液1mLを  
31 加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を希塩酸で中和した液は酢  
32 酸塩の定性反応(3)(1.09)を呈する。

33 純度試験

34 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
36 下)。

37 (2) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
38 て行う。本品0.05gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液と  
39 する。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確  
40 に10mLとする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
41 えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
42 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
43 液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
44 ゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。  
45 次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水(28)混液  
46 (80 : 20 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
47 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
48 料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から

49 得たスポットより濃くない。更に、この薄層板をヨウ素蒸気  
50 中に10分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以  
51 外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
52 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 50°C,  
53 3時間)。

54 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、酢酸  
56 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
57 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

58 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.11mg  $C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$

59 貯法

60 保存条件 遮光して保存する。

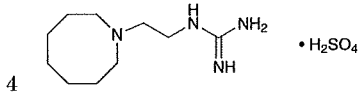
61 容器 気密容器。

1 グアネチジン硫酸塩

1 グアネチジン硫酸塩

2 Guanethidine Sulfate

3 硫酸グアネチジン



5  $C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$  : 296.39

6 1-[2-(Hexahydroazocin-1(2H)-yl)ethyl]guanidine

7 monosulfate

8 [645-43-2]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、グアネチジン硫酸塩  
10 ( $C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
12 又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

13 本品はギ酸に極めて溶けやすく、水に溶けやすく、エタノ  
14 ール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 融点：251~256°C(減圧毛細管、分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→4000)4mLに1-ナフトール試液  
18 2mL、ジアセチル試液1mL及び水15mLを加え、30分間放  
19 置するとき、液は赤色を呈する。

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

24 (3) 本品の水溶液(1→10)は硫酸塩の定性反応(1.09)を呈  
25 する。

26 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.7~  
27 5.7である。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
30 明である。

31 (2) 硫酸メチルイソチオ尿素 本品2.0gを水酸化ナトリウ  
32 ム試液80mLに溶かし、10分間放置する。次に塩酸60mL、  
33 臭化ナトリウム2g及び水を加えて溶かし、200mLとし、1/  
34 60 mol/L臭素酸カリウム液0.70mL及びヨウ化亜鉛デンプン  
35 試液2mLを加えるとき、液の色は青色である。

36 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
38 下)。

39 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

40 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

41 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、ギ酸2mL  
42 に溶かした後、無水酢酸/酢酸(100)混液(6:1)70mLを加え、  
43 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
44 方法で空試験を行い、補正する。

45 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.64mg  $C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$

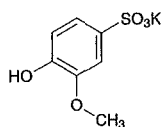
46 貯法

47 保存条件 遮光して保存する。

48 容器 気密容器。

1 グアヤコールスルホン酸カリウム

2 Potassium Guaiacolsulfonate



3

4  $C_7H_7KO_5S$  : 242.29

5 Monopotassium 4-hydroxy-3-methoxybenzenesulfonate

6 [1321-14-8]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、グアヤコー  
8 ルスルホン酸カリウム( $C_7H_7KO_5S$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
10 又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

11 本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けに  
12 くく、エタノール(95)、無水酢酸又はジエチルエーテルにほ  
13 とんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(III)試液2滴を加  
16 えるとき、液は青紫色を呈する。

17 (2) 本品0.25gを水に溶かし、500mLとする。この液  
18 10mLをとり、pH7.0のリン酸塩緩衝液を加えて100mLとす  
19 る。この液につき、紫外可視光度測定法(2.24)により吸  
20 収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペ  
21 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のとこ  
22 ろに同様の強度の吸収を認める。

23 (3) 本品の水溶液(1→10)はカリウム塩の定性反応(1.09)  
24 を呈する。

25 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～  
26 5.5である。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
29 明である。

30 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.8gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.030%以下)。

32 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
34 下)。

35 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (5) 類縁物質 本品0.20gを移動相200mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加えて  
39 正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液5 $\mu$ Lずつ  
40 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
41 により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動  
42 積分法により測定するとき、試料溶液のグアヤコールスルホ  
43 ン酸カリウム以外のピークの合計面積は、標準溶液のグアヤ  
44 コールスルホン酸カリウムのピーク面積より大きくない。

45 操作条件

46 検出器：紫外吸光度計(測定波長：279nm)

47 カラム：内径約4mm、長さ20～25cmのステンレス管に  
48 5～10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用ジメチルアミ

49 ノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

50 カラム温度：30℃付近の一定温度

51 移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液/メタノ  
52 ール混液(20 : 1)

53 流量：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間が約  
54 10分になるように調整する。

55 カラムの選定：グアヤコールスルホン酸カリウム50mg  
56 及びグアヤコール50mgを移動相50mLに溶かす。こ  
57 の液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、グアヤ  
58 コール、グアヤコールスルホン酸カリウムの順に溶出  
59 し、その分離度が4以上のものを用いる。

60 検出感度：標準溶液5 $\mu$ Lから得たグアヤコールスルホ  
61 ン酸カリウムのピーク高さが10mm以上になるように調  
62 整する。

63 面積測定範囲：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持  
64 時間の約2倍の範囲

65 水分(2.48) 3.0～4.5%(0.3g、容量滴定法、直接滴定)。

66 定量法 本品約0.3gを精密に量り、ギ酸2.0mLに溶かし、無水  
67 酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電  
68 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

69 0.1mol/L過塩素酸1mL=24.23mg  $C_7H_7KO_5S$

70 貯法

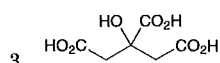
71 保存条件 遮光して保存する。

72 容器 密閉容器。

1 無水クエン酸

1 無水クエン酸

2 Anhydrous Citric Acid



4 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> : 192.12

5 2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid

6 [77-92-9]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、無水クエン  
12 酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)99.5~100.5%を含む。

13 ◆性状 本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末  
14 である。

15 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす  
16 い。

17 ◆確認試験 本品を105℃で2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル  
18 測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本  
19 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
20 者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認  
21 める。

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品2.0gを水に溶かして10mLとすると、液  
24 は澄明であり、その色は次の比較液(1)、比較液(2)又は比較  
25 液(3)より濃くない。

26 比較液(1)：塩化コバルト(II)の色の比較原液1.5mL及び塩  
27 化鉄(III)の色の比較原液6.0mLをとり、水を加えて  
28 1000mLとする。

29 比較液(2)：塩化コバルト(II)の色の比較原液0.15mL、塩  
30 化鉄(III)の色の比較原液7.2mL及び硫酸銅(II)の色の比  
31 較原液0.15mLをとり、水を加えて1000mLとする。

32 比較液(3)：塩化コバルト(II)の色の比較原液2.5mL、塩化  
33 鉄(III)の色の比較原液6.0mL及び硫酸銅(II)の色の比較  
34 原液1.0mLをとり、水を加えて1000mLとする。

35 (2) 硫酸塩 本品2.0gを水に溶かして30mLとし、試料溶  
36 液とする。別に硫酸カリウム0.181gを薄めたエタノール(3→  
37 10)に溶かし、正確に500mLとする。この液5mLを正確に量  
38 り、薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100mLとする。  
39 この液4.5mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4)3mLを加え  
40 て振り混ぜ、1分間放置する。この液2.5mLに試料溶液  
41 15mL及び酢酸(31)0.5mLを加えて5分間放置するとき、液の  
42 混濁は次の比較液より濃くない。

43 比較液：硫酸カリウム0.181gを水に溶かし、正確に  
44 500mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて  
45 正確に100mLとする。この液を試料溶液の代わりに用  
46 いて、同様に操作する。

47 (3) シュウ酸 本品0.80gを水4mLに溶かした液に塩酸  
48 3mL及び亜鉛1gを加え、1分間煮沸する。2分間放置後、上  
49 澄液をとり、これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液(1→

50 100)0.25mLを加え、沸騰するまで加熱した後、急冷する。  
51 この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶  
52 液(1→20)0.25mLを加えて振り混ぜた後、30分間放置すると  
53 き、液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない。

54 比較液：シュウ酸二水和物溶液(1→10000)4mLに塩酸  
55 3mL及び亜鉛1gを加え、以下同様に操作する。

56 ◆(4) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作  
57 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
58 (10ppm以下)。

59 (5) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
60 ただし、90℃で1時間加熱し、直ちに急冷する。液の色は色  
61 の比較液Kより濃くない。

62 水分(2.48) 1.0%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

63 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

64 定量法 本品約0.55gを精密に量り、水50mLに溶かし、  
65 1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：フェ  
66 ノールフタレイン試液2滴)。

67 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=64.04mg C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>

68 ◆貯法 容器 気密容器。

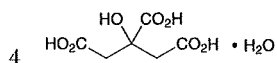


1 クエン酸水和物

1 クエン酸水和物

2 Citric Acid Hydrate

3 クエン酸



5  $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$  : 210.14

6 2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate

7 [5949-29-1]

8 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
9 各条である。

10 なお、三薬局方で調和されていない部分は「 $\blacklozenge$ 」で囲むことに  
11 より示す。

12 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、無水クエン  
13 酸( $C_6H_8O_7$  : 192.12)99.5~100.5%を含む。

14  $\blacklozenge$ 性状 本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末  
15 である。

16 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやす  
17 い。

18 本品は乾燥空气中で風解する。 $\blacklozenge$

19  $\blacklozenge$ 確認試験 本品を105°Cで2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル  
20 測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本  
21 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
22 者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認  
23 める。 $\blacklozenge$

24 純度試験

25 (1) 溶状 本品2.0gを水に溶かして10mLとするとき、液  
26 は澄明であり、その色は次の比較液(1)、比較液(2)又は比較  
27 液(3)より濃くない。

28 比較液(1) : 塩化コバルト(II)の色の比較原液1.5mL及び塩  
29 化鉄(III)の色の比較原液6.0mLをとり、水を加えて  
30 1000mLとする。

31 比較液(2) : 塩化コバルト(II)の色の比較原液0.15mL、塩  
32 化鉄(III)の色の比較原液7.2mL及び硫酸銅(II)の色の比  
33 較原液0.15mLをとり、水を加えて1000mLとする。

34 比較液(3) : 塩化コバルト(II)の色の比較原液2.5mL、塩化  
35 鉄(III)の色の比較原液6.0mL及び硫酸銅(II)の色の比較  
36 原液1.0mLをとり、水を加えて1000mLとする。

37 (2) 硫酸塩 本品2.0gを水に溶かして30mLとし、試料溶  
38 液とする。別に硫酸カリウム0.181gを薄めたエタノール(3→  
39 10)に溶かし、正確に500mLとする。この液5mLを正確に量  
40 り、薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100mLとする。  
41 この液4.5mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4)3mLを加え  
42 て振り混ぜ、1分間放置する。この液2.5mLに試料溶液  
43 15mL及び酢酸(31)0.5mLを加えて5分間放置するとき、液の  
44 混濁は次の比較液より濃くない。

45 比較液 : 硫酸カリウム0.181gを水に溶かし、正確に  
46 500mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて  
47 正確に100mLとする。この液を試料溶液の代わりに用  
48 いて、同様に操作する。

49 (3) シュウ酸 本品0.80gを水4mLに溶かした液に塩酸

50 3mL及び亜鉛1gを加え、1分間煮沸する。2分間放置後、上  
51 澄液をとり、これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液(1→  
52 100)0.25mLを加え、沸騰するまで加熱した後、急冷する。  
53 この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶  
54 液(1→20)0.25mLを加えて振り混ぜた後、30分間放置すると  
55 き、液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない。

56 比較液 : シュウ酸二水和物溶液(1→10000)4mLに塩酸  
57 3mL及び亜鉛1gを加え、以下同様に操作する。

58  $\blacklozenge$ (4) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作  
59 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
60 (10ppm以下)。 $\blacklozenge$

61 (5) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
62 ただし、90°Cで1時間加熱し、直ちに急冷する。液の色は色  
63 の比較液Kより濃くない。

64 水分 (2.48) 7.5~9.0%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

65 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

66 定量法 本品約0.55gを精密に量り、水50mLに溶かし、  
67 1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬 : フェ  
68 ノールフタレイン試液2滴)。

69 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=64.04mg  $C_6H_8O_7$

70  $\blacklozenge$ 貯法 容器 気密容器。 $\blacklozenge$

1 クエン酸ガリウム( $^{67}\text{Ga}$ )注射液

1 クエン酸ガリウム( $^{67}\text{Ga}$ )注射液

2 Gallium ( $^{67}\text{Ga}$ ) Citrate Injection

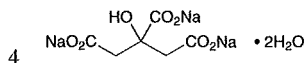
- 3 本品は水性の注射剤である。
- 4 本品はガリウム-67をクエン酸ガリウムの形で含む。
- 5 本品は放射性医薬品基準のクエン酸ガリウム( $^{67}\text{Ga}$ )注射液
- 6 の条に適合する。
- 7 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒
- 8 子試験法を適用しない。
- 9 性状 本品は無色～淡赤色澄明の液である。

1 クエン酸ナトリウム水和物

1 クエン酸ナトリウム水和物

2 Sodium Citrate Hydrate

3 クエン酸ナトリウム



5  $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$  : 294.10

6 Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate dihydrate

7 [6132-04-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸ナトリウム

9 ( $C_6H_5Na_3O_7$  : 258.07)99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においは  
11 なく、清涼な塩味がある。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
13 テルにほとんど溶けない。

14 確認試験 本品の水溶液(1→20)はクエン酸塩及びナトリウム  
15 塩の定性反応 (1.09) を呈する。

16 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.5~  
17 8.5である。

18 純度試験

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

21 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
22 液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.015%以下)。

23 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.5gをとり、水に溶かし、40mL  
24 とする。これに希塩酸3.0mL及び水を加えて50mLとし、試  
25 験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える  
26 (0.048%以下)。

27 (4) 重金属 (1.07) 本品2.5gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(10ppm以  
29 下)。

30 (5) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
31 製し、試験を行う(2ppm以下)。

32 (6) 酒石酸塩 本品1.0gに水2mL、酢酸カリウム試液  
33 1mL及び酢酸(31)1mLを加え、ガラス棒で内壁をこすると  
34 き、結晶性の沈殿を生じない。

35 (7) シュウ酸塩 本品1.0gに水1mL及び希塩酸3mLを加  
36 えて溶かし、エタノール(95)4mL及び塩化カルシウム試液  
37 0.2mLを加え、1時間放置するとき、液は澄明である。

38 (8) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
39 ただし、90℃で1時間加熱する。液の色は色の比較液Kより  
40 濃くない。

41 乾燥減量 (2.41) 10.0~13.0%(1g, 180℃, 2時間)。

42 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、非水滴定用  
43 酢酸30mLを加え、加温して溶かした後、0.1mol/L過塩素酸  
44 で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行  
45 い、補正する。

46 0.1mol/L過塩素酸1mL=8.602mg  $C_6H_5Na_3O_7$

47 貯法 容器 気密容器。

1 診断用クエン酸ナトリウム液

1 診断用クエン酸ナトリウム液

2 Diagnostic Sodium Citrate Solution

3 本品は定量するとき、クエン酸ナトリウム水和物

4 ( $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ : 294.10)3.3~4.3w/v%を含む。

5 本品は水性の注射剤の規定を準用する。

6 製法

クエン酸ナトリウム水和物	38g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、注射剤の製法により製する。

8 本品には保存剤を加えない。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応

11 (1.09) を呈する。

12 pH (2.54) 7.0~8.5

13 定量法 本品5mLを正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残

14 留物を180°Cで2時間乾燥した後、これに酢酸(100)30mLを

15 加え、加温して溶かす。冷後、0.1mol/L過塩素酸で滴定

16 (2.50) する(指示薬: クリスタルバイオレット試液3滴)。同

17 様の方法で空試験を行い、補正する。

18  $0.1\text{mol/L}$ 過塩素酸1mL=9.803mg  $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

19 貯法 容器 密封容器。

1 輸血用クエン酸ナトリウム注射液

1 輸血用クエン酸ナトリウム注射液

2 Sodium Citrate Injection for Transfusion

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、クエン酸ナトリウム水和物

5 ( $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ : 294.10)9.5~10.5w/v%を含む。

6 製法

クエン酸ナトリウム水和物	100g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、注射剤の製法により製する。

8 本品には保存剤を加えない。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応

11 (1.09)を呈する。

12 pH (2.54) 7.0~8.5

13 エンドトキシン (4.01) 5.6EU/mL未満。

14 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

15 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

16 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

17 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

18 適合する。

19 定量法 本品5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとす

20 る。この液10mLを正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残

21 留物を180°Cで2時間乾燥した後、これに酢酸(100)30mLを

22 加え、加温して溶かす。冷後、0.1mol/L過塩素酸で滴定

23 (2.50)する(指示薬:クリスタルバイオレット試液3滴)。同

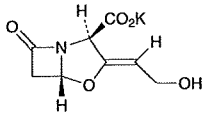
24 様の方法で空試験を行い、補正する。

25 0.1mol/L過塩素酸1mL=9.803mg  $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

26 貯法 容器 密封容器。

1 クラブラン酸カリウム

2 Potassium Clavulanate



3

4  $C_8H_9KNO_5$  : 237.25

5 Monopotassium(2*R*,5*R*)-3-[(1*Z*)-2-hydroxyethylidene]-7-

6 oxo-4-oxa-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

7 [61177-45-1]

8 本品は、*Streptomyces clavuligerus*の培養によって得ら  
9 れるβラクタマーゼ阻害活性を有する化合物のカリウム塩で  
10 ある。

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり810～  
12 860μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クラブラン酸  
13 ( $C_8H_9NO_5$  : 199.16)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

15 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けやす  
16 く、エタノール(95)に溶けにくい。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→50000)1mLにイミダゾール試液  
20 5mLを加え、30℃の水浴中で12分間加温する。冷後、この  
21 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
22 トルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを  
23 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
24 の強度の吸収を認める。

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

29 (3) 本品はカリウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +53～+63°(脱水物に換算したもの  
31 0.5g, 水, 50mL, 100mm)。

32 純度試験

33 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液4.0mLを加える(20ppm以  
35 下)。

36 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
37 製し、試験を行う(2ppm以下)。

38 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相A 10mLに溶かし、試  
39 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相Aを加えて  
40 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
41 液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
42 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピー  
43 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクラブ  
44 ラン酸以外の各々のピーク面積は標準溶液のクラブラン酸の  
45 ピーク面積より大きくない。また、試料溶液のクラブラン酸  
46 以外のピークの合計面積は、標準溶液のクラブラン酸のピー  
47 ク面積の2倍より大きくない。

48 試験条件

49

検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

50

51 カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に5μm  
52 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
53 リカゲルを充てんする。

53

54 カラム温度：40℃付近の一定温度

54

55 移動相A：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリ  
56 ン酸を加えてpH4.0に調整する。

56

57 移動相B：移動相A/メタノール混液(1：1)

57

58 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
うに変えて濃度勾配制御する。

58

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～4	100	0
4～15	100→0	0→100
15～25	0	100

59

流量：毎分1.0mL

60

面積測定範囲：クラブラン酸の保持時間の約6倍の範囲

61

システム適合性

62

63 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相Aを加  
64 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たクラブ  
65 ラン酸のピーク面積が、標準溶液のクラブラン酸の  
66 ピーク面積の7～13%になることを確認する。

66

67 システムの性能：本品及びアモキシシリン10mgずつを  
68 移動相A 100mLに溶かす。この液20μLにつき、上記  
69 の条件で操作するとき、クラブラン酸、アモキシシリ  
70 ンの順に溶出し、その分離度は8以上であり、クラブ  
71 ラン酸のピークの理論段数は2500段以上である。

71

72 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
73 で試験を3回繰り返すとき、クラブラン酸のピーク面  
74 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

74

水分(2.48) 1.5%以下(5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

75

76 定量法 本品及びクラブラン酸リチウム標準品約12.5mg(力  
77 価)に対応する量を精密に量り、それぞれを水30mLに溶か  
78 し、内標準溶液5mLずつを正確に加えた後、水を加えて  
79 50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標  
80 準溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
81 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
るクラブラン酸のピーク面積の比 $Q_r$ 及び $Q_s$ を求める。

82

クラブラン酸( $C_8H_9NO_5$ )の量[μg(力価)]

83

$$= M_s \times Q_r / Q_s \times 1000$$

84

$M_s$  : クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

85

86 内標準溶液 スルファニルアミド0.3gをメタノール30mL  
87 に溶かし、水を加えて100mLとする。

87

試験条件

88

検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

89

90 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
91 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
92 リカゲルを充てんする。

92

93 カラム温度：25℃付近の一定温度

93

94 移動相：酢酸ナトリウム三水合物1.36gを水900mLに溶  
95 かし、薄めた酢酸(31)(2→5)を加えてpH4.5に調整し  
た後、メタノール30mL及び水を加えて1000mLとす

95

## 2 クラブラン酸カリウム

- 96 　　る。
- 97 　　流量：クラブラン酸の保持時間が約6分になるように調
- 98 　　整する。
- 99 　　システム適合性
- 100 　　システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 101 　　作するとき、クラブラン酸、内標準物質の順に溶出し、
- 102 　　その分離度は4以上である。
- 103 　　システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 104 　　試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に
- 105 　　対するクラブラン酸のピーク面積の比の相対標準偏差
- 106 　　は1.0%以下である。
- 107 貯法 容器 気密容器。

## 1 グラミシジン

## 2 Gramicidin

3 [1405-97-6]

4 本品は、*Bacillus brevis* Dubos の培養によって得られる  
5 抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物である。

6 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり  
7 900 $\mu$ g(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、グラミシ  
8 ジンとしての量を質量(力価)で示す。

9 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

10 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや  
11 溶けやすく、水にほとんど溶けない。

## 12 確認試験

13 (1) 本品10mgに6mol/L塩酸試液2mLを加え、時々振り混  
14 ぜながら水浴中で30分間加熱する。冷後、6mol/L水酸化ナ  
15 トリウム試液で中和した後、ニンヒドリン試液1mL及びピ  
16 リジン0.5mLを加えて2分間加熱するとき、液は青紫色～赤  
17 紫色を呈する。

18 (2) 本品のエタノール(95)溶液(1→20000)につき、紫外可  
19 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
20 品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグラミシジン標  
21 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
22 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
23 吸収を認める。

24 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(0.1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

25 強熱残分(2.44) 1.0%以下(1g)。

26 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
27 (4.02)の比濁法により試験を行う。

28 (i) 試験菌 *Enterococcus hirae* ATCC 10541を用いる。

29 (ii) 試験菌移植用カンテン培地 ブドウ糖10.0g, カゼイ  
30 ン製ペプトン5.0g, 酵母エキス20.0g, リン酸二水素カリウ  
31 ム2.0g, ポリソルベート80 0.1g及び、カンテン15.0gをとり、  
32 水1000mLを加え、滅菌後のpHが6.7～6.8となるように調整  
33 した後、滅菌する。

34 (iii) 試験菌懸濁用液状培地 培地(2)を用いる。

35 (iv) 試験菌液の調製 試験菌を試験菌移植用カンテン培地  
36 約10mLを内径約16mmの試験管に分注した高層培地に穿刺  
37 し、36.5～37.5°Cで20～24時間、少なくとも3回継代培養し  
38 た後、1～5°Cに保存する。この継代培養した菌を試験菌懸  
39 濁用液状培地10mLに移植し、36.5～37.5°Cで20～24時間培  
40 養し、試験菌原液とする。用時、この試験菌原液を試験菌懸  
41 濁用液状培地に加え、波長580nmにおける透過率が50～  
42 60%になるように調整し、この液1容に試験菌懸濁用液状培  
43 地200容を加え、試験菌液とする。

44 (v) 標準溶液 グラミシジン標準品適量を60°Cで3時間減  
45 圧(0.67kPa以下)乾燥し、その約10mg(力価)に対応する量を  
46 精密に量り、エタノール(99.5)に溶かして正確に100mLとし、  
47 標準原液とする。標準原液は5°C以下に保存し、7日以内に  
48 使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、プロピレン  
49 リコール390mLにエタノール(99.5)/アセトン混液(9:  
50 1)210mL及び滅菌精製水適量を加えて1000mLとした液を加  
51 えて1mL中に0.02 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、標準溶液とす

52 る。

53 (vi) 試料溶液 本品約10mg(力価)に対応する量を精密に量  
54 り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に100mLとする。この  
55 液適量を正確に量り、プロピレングリコール390mLにエタ  
56 ノール(99.5)/アセトン混液(9:1)210mL及び滅菌精製水適  
57 量を加えて1000mLとした液を加えて1mL中に0.02 $\mu$ g(力価)  
58 を含む液を調製し、試料溶液とする。

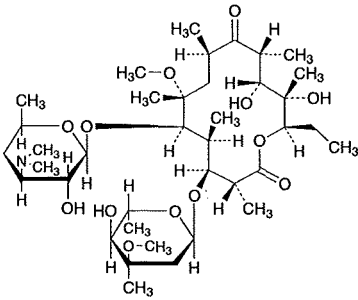
59 (vii) 操作法 標準溶液0.155mL, 0.125mL, 0.100mL,  
60 0.080mL及び0.065mL, 試料溶液0.100mL, 及びプロピレ  
61 ングリコール390mLにエタノール(99.5)/アセトン混液(9:  
62 1)210mL及び滅菌精製水適量を加えて1000mLとした液  
63 0.100mLずつをとり、それぞれ内径約14mm, 長さ約15cm  
64 の試験管3本ずつに入れる。各試験管に試験菌液10mLを加  
65 え、ふたをし、36.5～37.5°Cの水浴中で180～270分間培養  
66 する。培養後、ホルムアルデヒド液溶液(1→3)0.5mLを各試  
67 験管に加え、波長580nmにおける透過率を測定する。

68 貯法 容器 気密容器。



1 クラリスロマイシン

2 Clarithromycin



3

4  $C_{38}H_{69}NO_{13}$  : 747.95

5 (2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-

6 Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-hexopyranosyloxy)-3-

7 (2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-methyl-α-L-ribo-

8 hexopyranosyloxy)-11,12-dihydroxy-6-methoxy-

9 2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

10 [81103-11-9]

11 本品は、エリスロマイシンの誘導体である。

12 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり950～  
13 1050μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クラリスロ  
14 マイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、味は苦い。

16 本品はアセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく、メタ  
17 ノール、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく、  
18 水にほとんど溶けない。

19 確認試験

20 (1) 本品5mgに硫酸2mLを加えて静かに振り混ぜるとき、  
21 液は赤褐色を呈する。

22 (2) 本品3mgをアセトン2mLに溶かし、塩酸2mLを加え  
23 るとき、液はだいたい色を呈し、直ちに赤色～深紫色に変わ  
24 る。

25 (3) 本品及びクラリスロマイシン標準品につき、赤外吸収  
26 スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験  
27 を行い、本品のスペクトルとクラリスロマイシン標準品のス  
28 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
29 ころに同様の強度の吸収を認める。

30 (4) 本品及びクラリスロマイシン標準品10mgずつをクロ  
31 ロホルム4mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。こ  
32 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
33 を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグ  
34 ラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットす  
35 る。次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水(28)混液  
36 (100 : 5 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
37 風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、105℃で10分間  
38 加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液か  
39 ら得たスポットは黒紫色を呈し、それらのR値は等しい。

40 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -87～-97°(脱水物に換算したもの  
41 0.25g, クロロホルム, 25mL, 100mm)。

42 融点(2.60) 220～227℃

43 純度試験

44 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
45 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
46 下)。

47 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
48 製し、試験を行う(2ppm以下)。

49 (3) 類縁物質 本品約0.1gを精密に量り、移動相に溶かし、  
50 正確に20mLとし、試料溶液とする。別にクラリスロマイシ  
51 ン標準品約10mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に  
52 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
53 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
54 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
55 積を自動積分法により測定するとき、脱水物に換算した本品  
56 中の個々の類縁物質の量は2.0%以下であり、類縁物質の合  
57 計は5.0%以下である。なお、0.05%未満のピークは削除す  
58 る。

59 脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量(%)

$$60 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 100$$

61 脱水物に換算した本品中の類縁物質の合計(%)

$$62 = M_S / M_T \times \sum A_T / A_S \times 100$$

63  $M_S$  : クラリスロマイシン標準品の秤取量(mg)

64  $M_T$  : 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

65  $A_S$  : 標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積

66  $A_T$  : 試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

67  $\sum A_T$  : 試料溶液のクラリスロマイシン以外のピーク面積  
68 の合計

69 試験条件

70 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法  
71 の試験条件を準用する。

72 面積測定範囲 : 試料溶液注入後2分から主ピークの保持  
73 時間の約5倍の範囲

74 システム適合性

75 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

76 検出の確認 : 標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
77 えて正確に10mLとし、システム適合性試験用溶液と  
78 する。システム適合性試験用溶液10μLから得たクラ  
79 リスロマイシンのピーク面積が標準溶液のクラリスロ  
80 マイシンのピーク面積の14～26%になることを確認  
81 する。

82 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液10μLに  
83 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クラリ  
84 スロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以  
85 下である。

86 水分(2.48) 2.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

87 強熱残分(2.44) 0.1%以下(2g)。

88 定量法 本品及びクラリスロマイシン標準品約0.1g(力価)に対  
89 応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に  
90 20mLとする。この液2mLずつを正確に量り、それぞれに内  
91 標準溶液2mLを正確に加えた後、移動相を加えて20mLとし、  
92 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
93 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
94 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマ  
95 イシンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

## 2 クラリスロマイシン

- 96 クラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )の量[ $\mu\text{g}$ (力価)]  
97  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$
- 98  $M_S$ : クラリスロマイシン標準品の秤取量[ $\text{mg}$ (力価)]
- 99 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(1→  
100 20000)
- 101 試験条件
- 102 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 210nm)
- 103 カラム: 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu\text{m}$ の  
104 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
105 カゲルを充てんする.
- 106 カラム温度: 50 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度
- 107 移動相: 薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→  
108 3)/アセトニトリル混液(13: 7)
- 109 流量: クラリスロマイシンの保持時間が約8分になるよ  
110 うに調整する.
- 111 システム適合性
- 112 システムの性能: 標準溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で  
113 操作するとき, クラリスロマイシン, 内標準物質の順  
114 に溶出し, その分離度は3以上である.
- 115 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件  
116 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積  
117 に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対  
118 標準偏差は2.0%以下である.
- 119 貯法 容器 密閉容器.

## 1 クラリスロマイシン錠

## 2 Clarithromycin Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の93.0~107.0%に  
4 対応するクラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ : 747.95)を含む。

5 製法 本品は「クラリスロマイシン」をとり、錠剤の製法によ  
6 り製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「クラリスロマイシ  
8 ン」60mg(力価)に対応する量を取り、アセトン40mLを加え  
9 10分間振り混ぜた後、毎分4000回転で5分間遠心分離する。  
10 上澄液30mLをとり、溶媒を留去して得た残留物につき、赤  
11 外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法によ  
12 り測定するとき、波数2980 $cm^{-1}$ 、2940 $cm^{-1}$ 、1734 $cm^{-1}$ 、  
13 1693 $cm^{-1}$ 、1459 $cm^{-1}$ 、1379 $cm^{-1}$ 及び1171 $cm^{-1}$ 付近に吸収を  
14 認める。

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

17 本品1個をとり、内標準溶液(1) $V/20mL$ を正確に加え、  
18 更に1mL中にクラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )約5mg(力価)  
19 を含む液となるように移動相を加えて $V mL$ とし、時々強く  
20 振り混ぜながら20分間超音波処理を行う。この液を毎分  
21 4000回転で15分間遠心分離した後、上澄液を孔径0.45 $\mu m$ 以  
22 下のメンブランフィルターでろ過する。以下定量法を準用す  
23 る。

24 本品1錠中のクラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )の量[mg(力  
25 価)]

$$26 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$$

27  $M_S$ : クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

28 内標準溶液(1) パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液  
29 (1→1000)

30 内標準溶液(2) 内標準溶液(1)1mLを正確に量り、移動相  
31 を加えて正確に20mLとする。

32 溶出性(6.10) 試験液にpH6.0の0.05mol/Lリン酸水素二ナト  
33 リウム・クエン酸緩衝液900mLを用い、パドル法により毎  
34 分50回転で試験を行うとき、本品の50mg錠及び200mg錠の  
35 30分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び75%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu m$ 以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V mL$ を  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中に「クラリスロマイシ  
40 ン」約28 $\mu g$ (力価)を含む液となるように移動相を加えて正確  
41 に $V' mL$ とし、試料溶液とする。別にクラリスロマイシン  
42 標準品約28mg(力価)を精密に量り、液体クロマトグラフ  
43 ー用アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この  
44 液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標  
45 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 $\mu L$ ずつを正確にと  
46 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
47 を行い、それぞれの液のクラリスロマイシンのピーク面積  
48  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

49 クラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )の表示量に対する溶出率  
50 (%)

$$51 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

52  $M_S$ : クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

53  $C$ : 1錠中のクラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )の表示量  
54 [mg(力価)]

55 試験条件

56 定量法の試験条件を準用する。

57 システム適合性

58 システムの性能: 標準溶液100 $\mu L$ につき、上記の条件で  
59 操作するとき、クラリスロマイシンのピークの理論段  
60 数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、  
61 2.0以下である。

62 システムの再現性: 標準溶液100 $\mu L$ につき、上記の条件  
63 で試験を6回繰り返すとき、クラリスロマイシンのピ  
64 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

65 定量法 本品5個以上をとり、1mL中にクラリスロマイシン  
66 ( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )約8mg(力価)を含む液となるように、薄めた  
67 0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→3)を加え、超音波を  
68 用いて粒子を小さく分散させた後、クラリスロマイシン  
69 ( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )100mg(力価)当たり内標準溶液(1)1mLを正確に  
70 加え、更に1mL中にクラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )約  
71 5mg(力価)を含む液となるように液体クロマトグラフィー用  
72 アセトニトリルを加えて、時々強く振り混ぜながら10分間  
73 超音波処理した後、毎分4000回転で15分間遠心分離し、上  
74 澄液を孔径0.45 $\mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。  
75 初めのろ液3mLを除き、次のろ液2mLを量り、移動相を加  
76 えて20mLとし、試料溶液とする。別に、クラリスロマイシ  
77 ン標準品約50mg(力価)を精密に量り、移動相に溶かし、正  
78 確に10mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液  
79 (2)2mLを正確に加え、更に移動相を加えて20mLとし、標  
80 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu L$ につき、次の条  
81 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内  
82 標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク  
83 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

84 クラリスロマイシン( $C_{38}H_{69}NO_{13}$ )の量[mg(力価)]

$$85 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

86  $M_S$ : クラリスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

87 内標準溶液(1) パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液  
88 (1→1000)

89 内標準溶液(2) 内標準溶液(1)1mLを正確に量り、移動相  
90 を加えて正確に20mLとする。

91 試験条件

92 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

93 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu m$   
94 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
95 リカゲルを充てんする。

96 カラム温度: 50°C付近の一定温度

97 移動相: 薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→  
98 3)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液  
99 (13: 7)

100 流量: クラリスロマイシンの保持時間が約8分になるよ  
101 うに調整する。

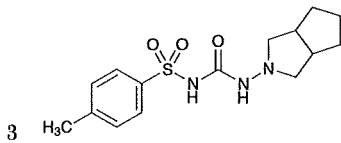
## 2 クラリスロマイシン錠

- 102 システム適合性
- 103 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 104 試験を行うとき、クラリスロマイシン、内標準物質の
- 105 順に溶出し、その分離度は3以上である。
- 106 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 107 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 108 に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対
- 109 標準偏差は2.0%以下である。
- 110 貯法 容器 密閉容器。

1 グリクラジド

1 グリクラジド

2 Gliclazide



4 C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S : 323.41

5 1-(Hexahydrocyclopenta[c]pyrrol-2(1H)-yl)-

6 3-[(4-methylphenyl)sulfonyl]urea

7 [21187-98-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、グリクラジド  
9 (C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

13 確認試験

14 (1) 本品のメタノール溶液(1→62500)につき、紫外可視  
15 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
16 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
17 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
18 る。

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

23 融点(2.60) 165~169°C

24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
27 下)。

28 (2) 類縁物質 本操作は試料溶液調製後、2時間以内に行  
29 う。本品50mgをアセトニトリル23mLに溶かし、水を加え  
30 て50mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、  
31 水/アセトニトリル混液(11:9)を加えて正確に100mLとし、  
32 更にこの液10mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液  
33 (11:9)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
34 溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
35 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
36 液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試  
37 料溶液のグリクラジド以外のピーク面積は、標準溶液のグ  
38 リクラジドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液の  
39 グリクラジド以外のピークの合計面積は、標準溶液のグリク  
40 ラジドのピーク面積の3倍より大きくない。ただし、グリク  
41 ラジドに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は自動積分  
42 法で求めた面積に感度係数5.65を乗じた値とする。

43 試験条件

44 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

45 カラム：内径4.0mm、長さ25cmのステンレス管に4μm  
46 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
47 ゲルを充てんする。

48 カラム温度：25°C付近の一定温度

49 移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン/トリ  
50 フルオロ酢酸混液(550:450:1:1)

51 流量：グリクラジドの保持時間が約14分になるように  
52 調整する。

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリクラジドの保  
54 持時間の約2倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り、水/アセト  
57 ニトリル混液(11:9)を加えて正確に20mLとする。  
58 この液20μLから得たグリクラジドのピーク面積が、  
59 標準溶液のグリクラジドのピーク面積の10~30%に  
60 なることを確認する。

61 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
62 操作するとき、グリクラジドのピークの理論段数及び  
63 シンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、1.5以下  
64 である。

65 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、グリクラジドのピーク面  
67 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

68 (3) 残留溶媒 別に規定する。

69 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

70 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

71 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、無水酢酸/  
72 酢酸(100)混液(7:3)30mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
73 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
74 補正する。

75 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.34mg C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S

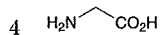
76 貯法 容器 密閉容器。

# 1 グリシン

## 1 グリシン

2 Glycine

3 アミノ酢酸



5  $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$  : 75.07

6 Aminoacetic acid

7 [56-40-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、グリシン  
9 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
11 味は甘い。

12 本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール(95)にほとん  
13 ど溶けない。

14 確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25)  
15 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトル  
16 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
17 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、こ  
18 れらのスペクトルに差を認めるときは、本品を水に溶かし、  
19 蒸発乾燥したものにつき、同様の試験を行う。

20 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.6～  
21 6.6である。

22 純度試験

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

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

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

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

31 (5) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
33 下)。

34 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
35 試験を行う(2ppm以下)。

36 (7) 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし、試料溶液  
37 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
38 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
39 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
40 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
41 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
42 製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢  
43 酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
44 薄層板を80℃で30分間乾燥する。これにニンヒドリンのア  
45 セトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80℃で5分間加熱  
46 するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
47 標準溶液から得たスポットより濃くない。

48 乾燥減量 (2.41) 0.30%以下(1g, 105℃, 3時間)。

49 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約80mgを精密に量り、ギ酸3mL

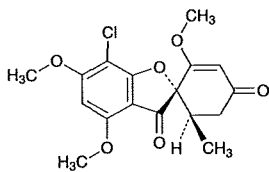
51 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
52 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
53 補正する。

54 0.1mol/L過塩素酸1mL=7.507mg  $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$

55 貯法 容器 密閉容器。

## 1 グリセオフルビン

## 2 Griseofulvin



3

4  $C_{17}H_{17}ClO_6$  : 352.775 (2*S*,6'*R*)-7-Chloro-2',4,6-trimethoxy-6 6'-methylspiro[benzo[*b*]furan-2(3*H*),1'-(cyclohex-

7 2'-ene)]-3,4'-dione

8 [126-07-8]

9 本品は、*Penicillium griseofulvum* 又は *Penicillium*  
10 *janczewskii* の培養によって得られる抗真菌活性を有する化  
11 合物である。

12 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり960～  
13 1020µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、グリセオフ  
14 ルビン( $C_{17}H_{17}ClO_6$ )としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

16 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、ア  
17 セトンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール(95)に  
18 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

## 19 確認試験

20 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき、紫外  
21 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリセオフル  
23 ビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比  
24 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の  
25 強度の吸収を認める。

26 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
27 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
28 品の参照スペクトル又はグリセオフルビン標準品のスペクト  
29 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
30 同様の強度の吸収を認める。

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +350～+364°(乾燥物に換算したも  
32 の0.25g, *N,N*-ジメチルホルムアミド, 25mL, 100mm)。

33 融点(2.60) 218～222°C

## 34 純度試験

35 (1) 酸 本品0.25gを中和エタノール20mLに溶かし、フ  
36 ェノールフタレイン試液2滴及び0.02mol/L水酸化ナトリウ  
37 ム液1.0mLを加えるとき、液の色は赤色である。

38 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(25ppm以  
40 下)。

41 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
42 製し、試験を行う(2ppm以下)。

43 (4) 類縁物質 本品0.10gに内標準溶液1mLを正確に加え、  
44 更にアセトンを加えて溶かし、10mLとし、試料溶液とする。  
45 別にグリセオフルビン標準品5.0mgに内標準溶液1mLを正確  
46 に加え、更にアセトンを加えて溶かし、10mLとし、標準溶  
47 液とする。試料溶液及び標準溶液2µLにつき、次の条件でガ

48 スクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い、それぞれ  
49 の液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶  
50 液の内標準物質のピーク面積に対するデクロログリセオフル  
51 ビン(グリセオフルビンに対する相対保持時間約0.6)のピー  
52 ク面積の比 $Q_1$ 、試料溶液の内標準物質のピーク面積に対す  
53 るデヒドログリセオフルビン(グリセオフルビンに対する相  
54 対保持時間約1.2)のピーク面積の比 $Q_2$ 及び標準溶液の内標準  
55 物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の  
56 比 $Q_3$ を求めるとき、 $Q_1/Q_3$ は0.6以下であり、 $Q_2/Q_3$ は  
57 0.15以下である。

58 内標準溶液 9,10-ジフェニルアントラセンのアセトン溶  
59 液(1→500)

## 60 試験条件

61 検出器：水素炎イオン化検出器

62 カラム：内径4mm、長さ1mのガラス管にガスクロマト  
63 グラフィー用25%フェニル-25%シアノプロピル-  
64 メチルシリコーンポリマーを150～180µmのガスクロ  
65 マトグラフィー用ケイソウ土に1%の割合で被覆した  
66 ものを充てんする。

67 カラム温度：250°C付近の一定温度

68 注入口温度：270°C付近の一定温度

69 検出器温度：300°C付近の一定温度

70 キャリヤーガス：窒素

71 流量：グリセオフルビンの保持時間が約10分になるよ  
72 うに調整する。

## 73 システム適合性

74 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、内標準溶液  
75 のアセトン溶液(1→10)を加えて正確に10mLとする。  
76 この液2µLから得た内標準物質のピーク面積に対する  
77 グリセオフルビンのピーク面積の比が標準溶液の内標  
78 準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピー  
79 ク面積の比の7～13%になることを確認する。

80 システムの性能：標準溶液2µLにつき、上記の条件で操  
81 作するとき、内標準物質、グリセオフルビンの順に流  
82 出し、その分離度は5以上である。

83 システムの再現性：標準溶液2µLにつき、上記の条件で  
84 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
85 対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準  
86 偏差は5.0%以下である。

87 (5) 石油エーテル可溶物 本品1.0gに石油エーテル20mL  
88 を加えて振り混ぜ、還流冷却器を付けて10分間煮沸する。  
89 冷後、乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ紙を石油エーテル15mL  
90 ずつで2回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で石油エー  
91 テルを蒸発し、残留物を105°Cで1時間乾燥するとき、その  
92 量は0.2%以下である。

93 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 60°C,  
94 3時間)。

95 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

96 定量法 本品及びグリセオフルビン標準品約50mg(力価)に対  
97 応する量を精密に量り、それぞれを*N,N*-ジメチルホルムア  
98 ミド50mLに溶かし、内標準溶液20mLずつを正確に加えた  
99 後、水を加えて250mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
100 試料溶液及び標準溶液10µLにつき、次の条件で液体クロマ  
101 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー

## 2 グリセオフルビン

102 ク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  
103  $Q_S$  を求める。

104 グリセオフルビン( $C_{17}H_{17}ClO_6$ )の量[ $\mu\text{g}$ (力価)]  
105  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

106  $M_S$ : グリセオフルビン標準品の秤取量[ $\text{mg}$ (力価)]

107 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル  
108 溶液(1→400)

109 試験条件

110 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

111 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に  
112 10 $\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
113 ル化シリカゲルを充てんする。

114 カラム温度: 25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

115 移動相: 水/アセトニトリル混液(3:2)

116 流量: グリセオフルビンの保持時間が約6分になるよう  
117 に調整する。

118 システム適合性

119 システムの性能: 標準溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で  
120 操作するとき, グリセオフルビン, 内標準物質の順に  
121 溶出し, その分離度は4以上である。

122 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件  
123 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積  
124 に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標  
125 準偏差は1.0%以下である。

126 貯法 容器 気密容器。



## 1 グリセオフルビン錠

## 2 Griseofulvin Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の95.0~105.0%に  
4 対応するグリセオフルビン(C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>ClO<sub>6</sub>: 352.77)を含む。

5 製法 本品は「グリセオフルビン」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い、「グリセオフルビ  
8 ン」15mg(力価)に対応する量をとり、エタノール  
9 (95)100mLを加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液  
10 1mLにエタノール(95)を加えて10mLとした液につき、紫外  
11 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定する  
12 とき、波長234~238nm, 290~294nm及び323~328nmに  
13 吸収の極大を示す。

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

16 本品1個をとり、水V/5mLを加えて超音波で崩壊させ、  
17 N,N-ジメチルホルムアミドを加えて5V/8mLとし、20分  
18 間激しく振り混ぜた後、1mL中に「グリセオフルビン」  
19 1.25mg(力価)を含む液となるようにN,N-ジメチルホルムア  
20 ミドを加えて正確にV mLとし、遠心分離する。上澄液8mL  
21 を正確に量り、内標準溶液20mLを正確に加えた後、水を加  
22 えて100mLとし、孔径0.5µm以下のメンブランフィルター  
23 でろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液を試料溶液  
24 とする。以下定量法を準用する。

25 グリセオフルビン(C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>ClO<sub>6</sub>)の量[mg(力価)]

$$26 = M_s \times Q_T / Q_s \times V / 32$$

27  $M_s$ : グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]

28 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル  
29 溶液(1→2000)

30 溶出性(6.10) 試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→  
31 100)900mLを用い、パドル法により、毎分100回転で試験を  
32 行うとき、本品の120分間の溶出率は70%以上である。

33 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
34 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
35 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
36 正確に量り、表示量に従い1mL中に「グリセオフルビン」  
37 約6.9µg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV'  
38 mLとし、試料溶液とする。別にグリセオフルビン標準品約  
39 28mg(力価)に対応する量を精密に量り、エタノール(95)に溶  
40 かし、正確に200mLとする。この液5mLを正確に量り、試  
41 験液5mLを加え、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液  
42 とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外  
43 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長295nmに  
44 おける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

45 グリセオフルビン(C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>ClO<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$46 = M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$$

47  $M_s$ : グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]

48  $C$ : 1錠中のグリセオフルビン(C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>ClO<sub>6</sub>)の表示量  
49 [mg(力価)]

50 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
51 とする。「グリセオフルビン」約0.5g(力価)に対応する量を  
52 精密に量り、水50mLを加え、超音波処理した後、N,N-ジ  
53 メチルホルムアミド100mLを加え約20分間激しく振り混ぜ  
54 た後、N,N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に250mL  
55 とする。この液を遠心分離し、上澄液5mLを正確に量り、  
56 内標準溶液20mLを正確に加え、水を加えて100mLとし、孔  
57 径0.5µm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ  
58 液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にグリセオ  
59 フルビン標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
60 N,N-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に20mLとする。  
61 この液5mLを正確に量り、内標準溶液20mLを正確に加え、  
62 水を加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
63 準溶液10µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
64 (2.01)により試験を行い、内標準溶液のピーク面積に対す  
65 るグリセオフルビンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

66 グリセオフルビン(C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>ClO<sub>6</sub>)の量[mg(力価)]

$$67 = M_s \times Q_T / Q_s \times 25 / 2$$

68  $M_s$ : グリセオフルビン標準品の秤取量[mg(力価)]

69 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル  
70 溶液(1→2000)

71 試験条件

72 「グリセオフルビン」の定量法の試験条件を準用する。

73 システム適合性

74 システムの性能: 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
75 操作するとき、グリセオフルビン、内標準物質の順に  
76 溶出し、その分離度は4以上である。

77 システムの再現性: 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
78 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
79 に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標  
80 準偏差は1.0%以下である。

81 貯法 容器 気密容器。

# 1 グリセリン

## 1 グリセリン

2 Glycerin

3 グリセロール

4  $C_3H_8O_3$  : 92.09

5 本品は定量するとき、グリセリン( $C_3H_8O_3$ )84.0~87.0%を  
6 含む。

7 性状 本品は無色澄明の粘性の液で、味は甘い。

8 本品は水又はエタノール(99.5)と混和する。

9 本品は吸湿性である。

10 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
11 液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
12 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
13 ころに同様の強度の吸収を認める。

14 屈折率 (2.45)  $n_D^{20}$  : 1.449~1.454

15 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 1.221~1.230

16 純度試験

17 (1) 色 本品50mLをネスラー管にとり、上方から観察す  
18 るとき、液の色は次の比較液より濃くない。

19 比較液：塩化鉄(III)の色と比較原液0.40mLをネスラー管  
20 にとり、水を加えて50mLとする。

21 (2) 液性 本品2mLに水8mLを混和するとき、液は中性  
22 である。

23 (3) 塩化物 (1.03) 本品10.0gをとる、試験を行う。比較  
24 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.001%以下)。

25 (4) 硫酸塩 (1.14) 本品10.0gをとる、試験を行う。比較  
26 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.002%以下)。

27 (5) アンモニウム 本品5mLに水酸化ナトリウム溶液(1  
28 →10)5mLを加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤  
29 色リトマス紙を青変しない。

30 (6) 重金属 (1.07) 本品5.0gをとる、第1法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以  
32 下)。

33 (7) カルシウム (2)の液5mLにシュウ酸アンモニウム試  
34 液3滴を加えるとき、液は変化しない。

35 (8) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとる、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (9) アクロレイン、ブドウ糖又はその他の還元性物質 本  
38 品1.0gにアンモニア試液1mLを混和し、60℃の水浴中で5分  
39 間加温するとき、液は黄色を呈しない。また、水浴中から取  
40 り出し、直ちに硝酸銀試液3滴を加えて5分間暗所に放置す  
41 るとき、液は変色又は混濁しない。

42 (10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル 本品50gに新たに煮沸し  
43 て冷却した水50mL及び正確に0.1mol/L水酸化ナトリウム液  
44 10mLを加えて15分間煮沸し、冷後、過量の水酸化ナトリウ  
45 ムを0.1mol/L塩酸で滴定 (2.50) するとき、0.1mol/L水酸化  
46 ナトリウム液の消費量は3.0mL以下である(指示薬：フェノ  
47 ールフタレイン試液3滴)。同様の方法で空試験を行う。

48 (11) ジエチレングリコール及び類縁物質 本品約5.88gを  
49 精密に量り、メタノールに混和し、正確に100mLとし、試  
50 料溶液とする。別にジエチレングリコール約0.1gを精密に量  
51 り、メタノールに混和し、正確に100mLとする。この液

52 5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、  
53 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 $\mu$ Lずつを正確にと  
54 り、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験  
55 を行う。試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積  
56 分法により測定し、それぞれの液のジエチレングリコールの  
57 ピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。次式によりジエチレングリ  
58 コールの量を求めるとき、0.1%以下である。また、試料溶  
59 液の各々のピーク面積を面積百分率法により求めるとき、グ  
60 リセリン及びジエチレングリコール以外の個々のピークの量  
61 は0.1%以下であり、グリセリン以外のピークの合計量は  
62 1.0%以下である。

63 ジエチレングリコールの量(%)

$$64 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5 / 0.85$$

65  $M_S$  : ジエチレングリコールの秤取量(g)

66  $M_T$  : 本品の秤取量(g)

67 試験条件

68 検出器：水素炎イオン化検出器

69 カラム：内径0.32mm、長さ30mのフェーズドシリカ管  
70 の内面にガスクロマトグラフィー用14%シアノプロ  
71 ビルフェニール-86%ジメチルシリコンポリマーを  
72 厚さ1 $\mu$ mで被覆する。

73 カラム温度：100℃付近の一定温度で注入し、毎分  
74 7.5℃で220℃まで昇温し、220℃付近の一定温度で保  
75 持する。

76 注入口温度：220℃付近の一定温度

77 検出器温度：250℃付近の一定温度

78 キャリヤーガス：ヘリウム

79 流量：約38cm/秒

80 スプリット比：1 : 20

81 面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリセリンの保持  
82 時間の約3倍の範囲

83 システムの適合性

84 システムの性能：ジエチレングリコール及びグリセリン  
85 0.05gずつをメタノール100mLに混和する。この液  
86 1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジエチレン  
87 グリコール、グリセリンの順に溶出し、その分離度は  
88 7.0以上である。

89 システムの再現性：標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
90 試験を6回繰り返すとき、ジエチレングリコールのピ  
91 ーク面積の相対標準偏差は15%以下である。

92 (12) 硫酸呈色物 本品5mLに硫酸呈色物用硫酸5mLを注  
93 意して加え、18~20℃で徐々に混和し、常温で1時間放置す  
94 るとき、液の色は色の比較液Hより濃くない。

95 水分 (2.48) 13~17%(0.1g、容量滴定法、直接滴定)。

96 強熱残分 (2.44) 本品約10gをるつぼに入れて精密に量り、加  
97 熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに点火して燃やし、冷後、  
98 残留物を硫酸1~2滴で潤し、恒量になるまで注意して強熱  
99 するとき、残分は0.01%以下である。

100 定量法 本品約0.2gを共栓三角フラスコに精密に量り、水  
101 50mLを加えて混和し、過ヨウ素酸ナトリウム試液50mLを  
102 正確に加えて振り混ぜた後、室温で暗所に約30分間放置す  
103 る。この液に水/エチレングリコール混液(1 : 1)10mLを加

## 2 グリセリン

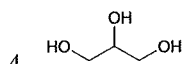
- 104 え、更に約20分間放置した後、水100mLを加え、0.1mol/L  
105 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノール  
106 フタレイン試液2滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。  
107 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=9.209mg  $C_3H_8O_3$   
108 貯法 容器 気密容器。

# 1 濃グリセリン

## 1 濃グリセリン

2 Concentrated Glycerin

3 濃グリセロール



5 C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> : 92.09

6 Propane-1,2,3-triol

7 [56-81-5]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、グリセリン  
9 (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>)98.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は無色澄明の粘性の液で、味は甘い。

11 本品は水又はエタノール(99.5)と混和する。

12 本品は吸湿性である。

13 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
14 液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
15 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
16 ころに同様の強度の吸収を認める。

17 屈折率(2.45)  $n_D^{20}$  : 1.470以上。

18 比重(2.56)  $d_4^{20}$  : 1.258以上。

19 純度試験

20 (1) 色 本品50mLをネスラー管にとり、上方から観察す  
21 るとき、液の色は次の比較液より濃くない。

22 比較液：塩化鉄(III)の色と比較原液0.40mLをネスラー管  
23 にとり、水を加えて50mLとする。

24 (2) 液性 本品2mLに水8mLを混和するとき、液は中性  
25 である。

26 (3) 塩化物(1.03) 本品10.0gをとり、試験を行う。比較  
27 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.001%以下)。

28 (4) 硫酸塩(1.14) 本品10.0gをとり、試験を行う。比較  
29 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.002%以下)。

30 (5) アンモニウム 本品5mLに水酸化ナトリウム溶液(1  
31 →10)5mLを加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤  
32 色リトマス紙を青変しない。

33 (6) 重金属(1.07) 本品5.0gをとり、第1法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以  
35 下)。

36 (7) カルシウム (2)の液5mLにシュウ酸アンモニウム試  
37 液3滴を加えるとき、液は変化しない。

38 (8) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 (9) アクロレイン、ブドウ糖又はその他の還元性物質 本  
41 品1.0gにアンモニア試液1mLを混和し、60℃の水浴中で5分  
42 間加温するとき、液は黄色を呈しない。また、水浴中から取  
43 り出し、直ちに硝酸銀試液3滴を加えて5分間暗所に放置す  
44 るとき、液は変色又は混濁しない。

45 (10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル 本品50gに新たに煮沸し  
46 て冷却した水50mL及び正確に0.1mol/L水酸化ナトリウム液  
47 10mLを加えて15分間煮沸し、冷後、過量の水酸化ナトリウ  
48 ムを0.1mol/L塩酸で滴定(2.50)するとき、0.1mol/L水酸化  
49 ナトリウム液の消費量は3.0mL以下である(指示薬：フェノ  
50 ールフタレイン試液3滴)。同様の方法で空試験を行う。

51 (11) ジエチレングリコール及び類縁物質 本品約5gを精  
52 密に量り、メタノールに混和し、正確に100mLとし、試料  
53 溶液とする。別にジエチレングリコール約0.1gを精密に量り、  
54 メタノールに混和し、正確に100mLとする。この液5mLを  
55 正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、標準  
56 溶液とする。試料溶液及び標準溶液1μLずつを正確にとり、  
57 次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行  
58 う。試料溶液及び標準溶液の各々のピーク面積を自動積分法  
59 により測定し、それぞれの液のジエチレングリコールのピー  
60 ク面積A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を求める。次式によりジエチレングリコー  
61 ルの量を求めるとき、0.1%以下である。また、試料溶液の  
62 各々のピーク面積を面積百分率法により求めるとき、グリセ  
63 リン及びジエチレングリコール以外の個々のピークの量は  
64 0.1%以下であり、グリセリン以外のピークの合計量は1.0%  
65 以下である。

66 ジエチレングリコールの量(%) =  $M_s / M_f \times A_r / A_s \times 5$

67 M<sub>s</sub> : ジエチレングリコールの秤取量(g)

68 M<sub>f</sub> : 本品の秤取量(g)

69 試験条件

70 検出器：水素炎イオン化検出器

71 カラム：内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管  
72 の内面にガスクロマトグラフィー用14%シアノプロ  
73 ピルフェニル-86%ジメチルシリコンポリマーを  
74 厚さ1μmで被覆する。

75 カラム温度：100℃付近の一定温度で注入し、毎分  
76 7.5℃で220℃まで昇温し、220℃付近の一定温度で保  
77 持する。

78 注入口温度：220℃付近の一定温度

79 検出器温度：250℃付近の一定温度

80 キャリヤーガス：ヘリウム

81 流量：約38cm<sup>3</sup>/秒

82 スプリット比：1 : 20

83 面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリセリンの保持  
84 時間の約3倍の範囲

85 システム適合性

86 システムの性能：ジエチレングリコール及びグリセリン  
87 0.05gずつをメタノール100mLに混和する。この液  
88 1μLにつき、上記の条件で操作するとき、ジエチレン  
89 グリコール、グリセリンの順に溶出し、その分離度は  
90 7.0以上である。

91 システムの再現性：標準溶液1μLにつき、上記の条件で  
92 試験を6回繰り返すとき、ジエチレングリコールのピー  
93 ク面積の相対標準偏差は15%以下である。

94 (12) 硫酸呈色物 本品5mLに硫酸呈色物用硫酸5mLを注  
95 意して加え、18~20℃で徐々に混和し、常温で1時間放置す  
96 るとき、液の色は色の比較液Hより濃くない。

97 水分(2.48) 2.0%以下(6g、容量滴定法、直接滴定)。

98 強熱残分(2.44) 本品約10gをろつぽに入れて精密に量り、加  
99 熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに点火して燃やし、冷後、  
100 残留物を硫酸1~2滴で潤し、恒量になるまで注意して強熱  
101 するとき、残分は0.01%以下である。

102 定量法 本品約0.2gを共栓三角フラスコに精密に量り、水

## 2 濃グリセリン

- 103 50mLを加えて混和し、過ヨウ素酸ナトリウム試液50mLを  
104 正確に加えて振り混ぜた後、室温で暗所に約30分間放置す  
105 る。この液に水／エチレングリコール混液(1：1)10mLを加  
106 え、更に約20分間放置した後、水100mLを加え、0.1mol/L  
107 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノール  
108 フタレイン試液2滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。
- 109 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=9.209mg  $C_3H_8O_3$
- 110 貯法 容器 気密容器。

1 グリセリンカリ液

1 グリセリンカリ液

2 Glycerin and Potash Solution

3 製法

水酸化カリウム	3g
グリセリン	200mL
エタノール	250mL
芳香剤	適量
常水, 精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

4 「水酸化カリウム」に「常水」, 「精製水」又は「精製水  
5 (容器入り)」の一部を加えて溶かした後, 「グリセリン」,  
6 「エタノール」, 芳香剤及び残りの「常水」, 「精製水」又  
7 は「精製水(容器入り)」を加え, ろ過して製する。ただし,  
8 「グリセリン」の代わりに対応量の「濃グリセリン」を用い  
9 て製することができる。

10 性状 本品は無色澄明の液で, 芳香がある。

11 本品の水溶液(1→5)のpHは約12である。

12 比重  $d_{20}^{20}$ : 約1.02

13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→2)はアルカリ性である(水酸化カリ  
15 ウム)。

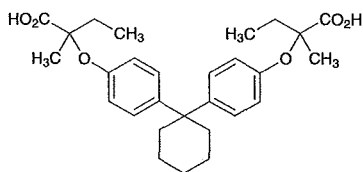
16 (2) 本品の水溶液(1→10)10mLを共栓試験管にとり, 水  
17 酸化ナトリウム試液2mL及び硫酸銅(II)試液1mLを加えて振  
18 り混ぜるとき, 液は青色を呈する(グリセリン)。

19 (3) 本品はカリウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

20 貯法 容器 気密容器。

## 1 クリノフィブラート

## 2 Clinofibrate



3

4  $C_{28}H_{36}O_6$ : 468.58

5 2,2'-(4,4'-Cyclohexylidenediphenoxy)-2,2'

6 dimethyldibutanoic acid

7 [30299-08-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クリノフィブラート  
9 ( $C_{28}H_{36}O_6$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、におい及び味はない。

11 本品はメタノール、エタノール(99.5)、アセトン又はジエ  
12 チルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない。

14 融点: 約146°C(分解)。

## 15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき、紫外  
17 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
19 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
20 認める。

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

## 25 純度試験

26 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
27 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
28 下)。

29 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
30 製し、試験を行う(2ppm以下)。

31 (3) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
32 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
33 て正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、アセトン  
34 を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
35 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
36 試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
37 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
38 トする。次にクロロホルム/シクロヘキサン/酢酸(100)混  
39 液(12:5:3)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板  
40 を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、  
41 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液か  
42 ら得たスポットより濃くない。

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

44 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

45 異性体比 本品50mgをとり、塩化チオニル0.4mLを加え、密  
46 栓して、60°Cの水浴上で時々振り混ぜながら5分間加熱した

47 後、減圧, 60°C以下で過剰の塩化チオニルを留去する。残  
48 留物を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン2mLに溶  
49 かし、D-(+)- $\alpha$ -メチルベンジルアミン0.15gを乾燥用合  
50 成ゼオライトで乾燥したトルエン5mLに溶かした液2mLを  
51 加え、軽く振り混ぜ、10分間放置した後、減圧, 60°C以下  
52 でトルエンを留去する。残留物をクロロホルム5mLに溶か  
53 し、試料溶液とする。試料溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
54 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、保持時間40  
55 分付近に近接して現れる3つのピークにつき、溶出順にその  
56 面積 $A_a$ 、 $A_b$ 及び $A_c$ を測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b+A_c) \times 100$   
57 は40~70である。

## 58 操作条件

59 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

60 カラム: 内径約4mm, 長さ約30cmのステンレス管に  
61 5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充て  
62 んする。

63 カラム温度: 20°C付近の一定温度。

64 移動相: ヘキサン/2-プロパノール混液(500:3)

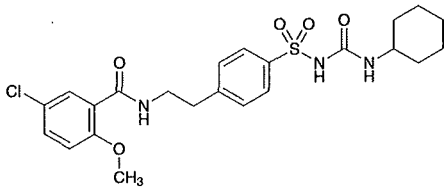
65 流量: クリノフィブラートの3つのピークのうち、最初  
66 に溶出するピークの保持時間が約35分になるように  
67 調整する。68 カラムの選定: 試料溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作  
69 するとき、3つのピークが完全に分離するものを用い  
70 る。71 定量法 本品を乾燥し、その約0.45gを精密に量り、エタノ  
72 ル(95)40mLに溶かし、これに水30mLを加え、0.1mol/L水  
73 酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: フェノールフ  
74 タレイン試液3滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。75 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=23.43mg  $C_{28}H_{36}O_6$ 

76 貯法 容器 気密容器。

1 グリベンクラミド

1 グリベンクラミド

2 Glibenclamide



3

4  $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$  : 494.00

5 4-[2-(5-Chloro-2-methoxybenzoylamino)ethyl]-

6 *N*-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

7 [10238-21-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、グリベンクラミド  
9 ( $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、クロロ  
12 ホルムにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール(95)に  
13 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
18 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
19 る。

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

24 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
25 色を呈する。

26 融点(2.60) 169～174℃

27 純度試験

28 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
29 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
30 下)。

31 (2) 類縁物質 本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし、  
32 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
33 を加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、ク  
34 ロロホルムを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。こ  
35 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
36 験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマト  
37 グラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層  
38 板にスポットする。次に1-プロパノール/クロロホルム/  
39 薄めたアンモニア試液(4→5)混液(11:7:2)を展開溶媒とし  
40 て約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主  
41 波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット  
42 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
43 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.9gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
45 チルホルムアミド50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウ  
46 ム液で滴定(2.50)する(指示薬:フェノールフタレイン試液

47 3滴)。別に*N,N*-ジメチルホルムアミド50mLに水18mLを  
48 加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

49 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL

50 =49.40mg  $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$

51 貯法 容器 気密容器。



## 1 吸水クリーム

### 1 吸水クリーム

2 Absorptive Ointment

3 吸水軟膏

### 4 製法

白色ワセリン	400g
セタノール	100g
サラシミツロウ	50g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	50g
ラウロマクロゴール	5g
パラオキシ安息香酸エチル	
又はパラオキシ安息香酸メチル	1g
パラオキシ安息香酸ブチル	
又はパラオキシ安息香酸プロピル	1g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

- 5 本品は「白色ワセリン」, 「セタノール」, 「サラシミツ  
6 ロウ」, 「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」及び「ラ  
7 ウロマクロゴール」をとり, 水浴上で加熱して溶かし, かき  
8 混ぜて約75℃に保ち, これにあらかじめ「パラオキシ安息  
9 香酸エチル」又は「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラ  
10 オキシ安息香酸ブチル」又は「パラオキシ安息香酸プロピ  
11 ル」を「精製水」又は「精製水(容器入り)」に加え, 80℃に  
12 加温して溶かした液を加え, かき混ぜて乳液とした後, 冷却  
13 し, 固まるまでよくかき混ぜて製する。
- 14 性状 本品は白色で光沢があり, わずかに特異なにおいがある。
- 15 貯法 容器 気密容器。

1 親水クリーム

1 親水クリーム

2 Hydrophilic Ointment

3 親水軟膏

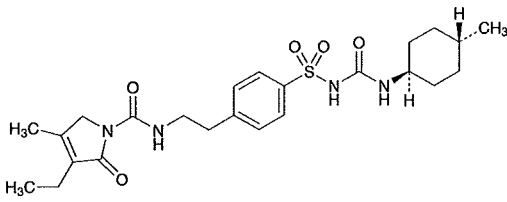
4 製法

白色ワセリン	250g
ステアリルアルコール	200g
プロピレングリコール	120g
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油60	40g
モノステアリン酸グリセリン	10g
パラオキシ安息香酸メチル	1g
パラオキシ安息香酸プロピル	1g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

- 5 本品は「白色ワセリン」, 「ステアリルアルコール」, ポ  
6 リオキシエチレン硬化ヒマシ油60及び「モノステアリン酸  
7 グリセリン」をとり, 水浴上で加熱して溶かし, かき混ぜ,  
8 約75℃に保ち, これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸メ  
9 チル」及び「パラオキシ安息香酸プロピル」を「プロピレン  
10 グリコール」に加え, 必要ならば加温して溶かし, 「精製  
11 水」又は「精製水(容器入り)」に加えて約75℃に加温した液  
12 を加え, かき混ぜて乳液とした後, 冷却し, 固まるまでよく  
13 かき混ぜて製する。  
14 性状 本品は白色で, わずかに特異なおいがある。  
15 貯法 容器 気密容器。

## 1 グリメピリド

## 2 Glimepiride

4 C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S : 490.62

5 1-(4-{2-[(3-Ethyl-4-methyl-2-oxo-3-pyrroline-1-carbonyl)amino]

6 ethyl}phenylsulfonyl)-3-(trans-4-methylcyclohexyl)urea

7 [93479-97-1]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、グリメピリ  
9 ド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品はジクロロメタンに溶けにくく、メタノール又はエタ  
12 ノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 融点：約202°C(分解)。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(1→125000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリメピリド標準  
18 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると  
19 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
20 収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
22 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
23 品の参照スペクトル又はグリメピリド標準品のスペクトルを  
24 比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様  
25 の強度の吸収を認める。

## 26 純度試験

27 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
29 下)。

30 (2) グリメピリドシス体 本品10mgをジクロロメタン  
31 5mLに溶かし、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。  
32 この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLと  
33 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正  
34 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
35 試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分  
36 法により測定するとき、試料溶液のグリメピリドに対する相  
37 対保持時間約0.9のグリメピリドシス体のピーク面積は、標  
38 準溶液のグリメピリドのピーク面積の3/4より大きくない。

## 39 試験条件

40 検出器：紫外吸光度計(測定波長：228nm)

41 カラム：内径3mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの  
42 液体クロマトグラフィー用ジオールシリカゲルを充て  
43 んする。

44 カラム温度：25°C付近の一定温度

45 移動相：液体クロマトグラフィー用ヘプタン/液体クロ  
46 マトグラフィー用2-プロパノール/酢酸(100)混液

(900 : 100 : 1)

48 流量：グリメピリドの保持時間が約14分になるように  
49 調整する。

## 50 システム適合性

51 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
52 えて正確に10mLとする。この液10μLから得たグリ  
53 メピリドのピーク面積が、標準溶液のグリメピリドの  
54 ピーク面積の35~65%になることを確認する。

55 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
56 操作するとき、グリメピリドのピークの理論段数及び  
57 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下  
58 である。

59 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
60 で試験を6回繰り返すとき、グリメピリドのピーク面  
61 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

62 (3) 類縁物質 試料溶液及び標準溶液は調製後、4°C以下  
63 で保存する。本品20mgを液体クロマトグラフィー用アセト  
64 ニトリル/水混液(4 : 1)100mLに溶かし、試料溶液とする。  
65 この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLと  
66 する。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
67 10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
68 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
69 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
70 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のグリメピリ  
71 ドに対する相対保持時間約0.25のピーク面積は、標準溶液の  
72 グリメピリドのピーク面積の4倍より大きくなく、相対保持  
73 時間約1.1のピーク面積は、標準溶液のグリメピリドのピー  
74 ク面積の2倍より大きくなく、相対保持時間約0.32のピーク  
75 面積は、標準溶液のグリメピリドのピーク面積の1.5倍より  
76 大きくなく、試料溶液のグリメピリド及び上記以外のピーク  
77 の面積は、標準溶液のグリメピリドのピーク面積より大きく  
78 ない。また、試料溶液のグリメピリド及びグリメピリドに対  
79 する相対保持時間約0.25以外のピークの合計面積は、標準溶  
80 液のグリメピリドのピーク面積の5倍より大きくない。

## 81 試験条件

82 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
83 の試験条件を準用する。

84 面積測定範囲：溶媒のピークの後からグリメピリドの保  
85 持時間の約2.5倍の範囲

## 86 システム適合性

87 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
88 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たグリ  
89 メピリドのピーク面積が、標準溶液のグリメピリドの  
90 ピーク面積の35~65%になることを確認する。

91 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
92 試験を行うとき、グリメピリドのピークの理論段数及  
93 びシンメトリー係数は、それぞれ9000段以上、1.5以  
94 下である。

95 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、グリメピリドのピーク面  
97 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

98 (4) 残留溶媒 別に規定する。

99 水分(2.48) 0.5%以下(0.25g, 電量滴定法)。

100 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

## 2 グリメピリド

101 定量法 本品及びグリメピリド標準品(別途本品と同様の方法  
102 で水分(2.48)を測定しておく)約20mgずつを精密に量り、  
103 それぞれを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混  
104 液(4:1)に溶かし、正確に100mLとし、試料溶液及び標準  
105 溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
106 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
107 い、それぞれの液のグリメピリドのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を  
108 測定する。

109 グリメピリド( $C_{24}H_{34}N_4O_5S$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

110  $M_S$ : 脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

### 111 試験条件

112 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 228nm)

113 カラム: 内径4mm, 長さ25cmのステンレス管に4 $\mu$ mの  
114 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
115 カゲルを充てんする。

116 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

117 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物0.5gを水  
118 500mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.5に調整する。  
119 この液に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
120 500mLを加える。

121 流量: グリメピリドの保持時間が約17分になるように  
122 調整する。

### 123 システム適合性

124 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
125 試験を行うとき、グリメピリドのピークの理論段数及  
126 びシンメトリー係数は、それぞれ9000段以上、1.5以  
127 下である。

128 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
129 で試験を6回繰り返すとき、グリメピリドのピーク面  
130 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

131 貯法 容器 密閉容器。

# 1 グリメピリド錠

## 1 グリメピリド錠

### 2 Glimepiride Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 グリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S : 490.62)を含む。

5 製法 本品は「グリメピリド」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「グリメピリド」  
8 20mgに対応する量を取り、アセトニトリル40mLを加え15  
9 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を水浴上で減圧留  
10 去し、残留物に水1mLを加えて懸濁させた後、減圧でろ過  
11 する。残留物を水1mLで洗った後、105℃で1時間乾燥し、  
12 赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法に  
13 より測定するとき、波数3370cm<sup>-1</sup>、3290cm<sup>-1</sup>、2930cm<sup>-1</sup>、  
14 1708cm<sup>-1</sup>、1674cm<sup>-1</sup>、1347cm<sup>-1</sup>、1156cm<sup>-1</sup>及び618cm<sup>-1</sup>付  
15 近に吸収を認める。

16 純度試験 類縁物質 試料溶液及び標準溶液は調製後、4℃以  
17 下で保存する。本品を粉末とし、表示量に従い「グリメピリ  
18 ド」9mgに対応する量を取り、水0.5mLを加えて潤した後、  
19 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液(4 : 1)を  
20 加えて50mLとし、振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試  
21 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、液体クロマトグ  
22 ラフィー用アセトニトリル/水混液(4 : 1)を加えて正確に  
23 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μL  
24 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
25 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
26 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のグリメピリ  
27 ドに対する相対保持時間約0.3のピーク面積は、標準溶液の  
28 グリメピリドのピーク面積の2.6倍より大きくなく、試料溶  
29 液のグリメピリド及び上記以外のピークの面積は、標準溶液  
30 のグリメピリドのピーク面積の3/10より大きくなく、試料  
31 溶液のグリメピリド及び上記以外のピークの合計面積は、標  
32 準溶液のグリメピリドのピーク面積より大きくない。また、  
33 試料溶液のグリメピリド以外のピークの合計面積は、標準溶  
34 液のグリメピリドのピーク面積の3倍より大きくない。

#### 試験条件

36 検出器、カラム、カラム温度及び移動相は、定量法の試  
37 験条件を準用する。

38 流量：グリメピリドの保持時間が約12分になるように  
39 調整する。

40 面積測定範囲：グリメピリドの保持時間の約2倍の範囲  
41 システム適合性

42 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
43 えて正確に20mLとする。この液5μLから得たグリメ  
44 ピリドのピーク面積が、標準溶液のグリメピリドのピ  
45 ーク面積の7~13%になることを確認する。

46 システムの性能：標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
47 作するとき、グリメピリドのピークの理論段数及びシン  
48 ンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以下で  
49 ある。

50 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
51 試験を6回繰り返すとき、グリメピリドのピーク面積  
52 の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

55 本品1個をとり、水V/20 mLを加え、崩壊させた後、液  
56 体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液(4 : 1)V/  
57 2 mLを加え、振り混ぜる。この液に内標準溶液V/10 mL  
58 を正確に加え、1mL中にグリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)約50μg  
59 を含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニ  
60 トリル/水混液(4 : 1)を加えてV mLとする。この液を遠心分  
61 離し、上澄液を試料溶液とする。別にグリメピリド標準品  
62 (別途「グリメピリド」と同様の方法で水分(2.48)を測定し  
63 ておく)約20mgを精密に量り、液体クロマトグラフィー用ア  
64 セトニトリル/水混液(4 : 1)に溶かし、正確に100mLとす  
65 る。この液5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加  
66 えた後、液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液  
67 (4 : 1)を加えて20mLとし、標準溶液とする。以下定量法を  
68 準用する。

69 グリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)

$$70 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 400$$

71 M<sub>S</sub> : 脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

72 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの液体クロマトグ  
73 ラフィー用アセトニトリル/水混液(4 : 1)溶液(1→  
74 1000)

75 溶出性(6.10) 試験液にpH7.5のリン酸水素二ナトリウム・  
76 クエン酸緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分50回  
77 転で試験を行うとき、1mg錠の15分間の溶出率は75%以上  
78 であり、3mg錠の30分間の溶出率は70%以上である。

79 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
80 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
81 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
82 正確に量り、表示量に従い1mL中にグリメピリド  
83 (C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)約1.1μgを含む液となるように試験液を加  
84 えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にグリメピリド  
85 標準品(別途「グリメピリド」と同様の方法で水分(2.48)を  
86 測定しておく)約20mgを精密に量り、液体クロマトグラフィー  
87 用アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この  
88 液2mLを正確に量り、液体クロマトグラフィー用アセトニ  
89 トリル8mLを加えた後、試験液を加えて正確に200mLとす  
90 る。この液10mLを正確に量り、試験液を加えて正確に  
91 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μL  
92 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
93 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のグリメピリドの  
94 ピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

95 グリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

$$96 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

97 M<sub>S</sub> : 脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

98 C : 錠中のグリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量(mg)

#### 試験条件

100 検出器、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条  
101 件を準用する。

102 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
103 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

## 2 グリメピリド錠

104 リカゲルを充てんする。  
105 システム適合性  
106 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
107 操作するとき、グリメピリドのピークの理論段数及び  
108 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下  
109 である。  
110 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
111 で試験を6回繰り返すとき、グリメピリドのピーク面  
112 積の相対標準偏差は1.5%以下である。  
113 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
114 とする。グリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)約3mgに対応する量を  
115 精密に量り、水3mLを加えた後、液体クロマトグラフィー  
116 用アセトニトリル/水混液(4:1)30mLを加えて振り混ぜる。  
117 内標準溶液6mLを正確に加えた後、液体クロマトグラフィー  
118 用アセトニトリル/水混液(4:1)を加えて50mLとする。  
119 この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にグリメ  
120 ピリド標準品(別途「グリメピリド」と同様の方法で水分  
121 (2.48)を測定しておく)約20mgを精密に量り、液体クロマ  
122 トグラフィー用アセトニトリル/水混液(4:1)に溶かし、正  
123 確に100mLとする。この液15mLを正確に量り、内標準溶液  
124 6mLを正確に加えた後、液体クロマトグラフィー用アセト  
125 ニトリル/水混液(4:1)を加えて50mLとし、標準溶液とす  
126 る。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体ク  
127 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質の  
128 ピーク面積に対するグリメピリドのピーク面積の比 $Q_T$ 及び  
129  $Q_S$ を求める。  
130 グリメピリド(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)  
131  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 20$   
132  $M_S$ : 脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)  
133 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの液体クロマトグ  
134 ラフィー用アセトニトリル/水混液(4:1)溶液(1→  
135 1000)  
136 試験条件  
137 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：228nm)  
138 カラム：内径4mm、長さ125mmのステンレス管に5 $\mu$ m  
139 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
140 リカゲルを充てんする。  
141 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
142 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.5gを水  
143 500mLに溶かした液に、液体クロマトグラフィー用  
144 アセトニトリル500mLを加え、薄めたリン酸(1→5)  
145 を加えてpH3.5に調整する。  
146 流量：グリメピリドの保持時間が約10分になるように  
147 調整する。  
148 システム適合性  
149 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
150 操作するとき、内標準物質、グリメピリドの順に溶出  
151 し、その分離度は6以上である。  
152 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
153 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
154 に対するグリメピリドのピーク面積の比の相対標準偏  
155 差は1.0%以下である。

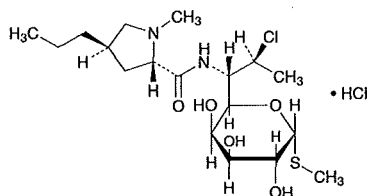
156 貯法 容器 気密容器。

1 クリンダマイシン塩酸塩

1 クリンダマイシン塩酸塩

2 Clindamycin Hydrochloride

3 塩酸クリンダマイシン



4

5  $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S \cdot HCl$  : 461.44

6 Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-

7 propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-threo- $\alpha$ -D-

8 galacto-octopyranoside monohydrochloride

9 [21462-39-5]

10 本品は、リンコマイシンの誘導体の塩酸塩である。

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり838～  
12 940 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クリンダマイ  
13 シン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  : 424.98)としての量を質量(力価)で示  
14 す。

15 性状 本品は白色～灰白色の結晶又は結晶性の粉末である。

16 本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)  
17 に溶けにくい。

18 確認試験

19 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
20 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
21 品の参照スペクトル又はクリンダマイシン塩酸塩標準品のス  
22 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
23 ころに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
25 を呈する。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : +135～+150°(脱水物に換算したも  
27 の0.5g, 水, 25mL, 100mm)。

28 純度試験 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作  
29 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
30 (10ppm以下)。

31 水分(2.48) 6.0%以下(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

32 定量法 本品及びクリンダマイシン塩酸塩標準品約20mg(力  
33 価)に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、  
34 正確に20mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液  
35 及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
36 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
37 クリンダマイシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

38 クリンダマイシン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$39 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

40  $M_S$  : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

41 試験条件

42 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

43 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
44 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

45 リカゲルを充てんする。

46 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

47 移動相 : 0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に8mol/L  
48 水酸化カリウム試液を加え、pH7.5に調整する。この  
49 液550mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリ  
50 ル450mLを加える。

51 流量 : クリンダマイシンの保持時間が約10分になるよ  
52 うに調整する。

53 システム適合性

54 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
55 操作するとき、クリンダマイシンのピークの理論段数  
56 及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5  
57 以下である。

58 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
59 で試験を6回繰り返すとき、クリンダマイシンのピー  
60 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

61 貯法 容器 気密容器。

## 1 クリンダマイシン塩酸塩カプセル

2 Clindamycin Hydrochloride Capsules

3 塩酸クリンダマイシンカプセル

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%に  
5 対応するクリンダマイシン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$  : 424.98)を含む。  
6 製法 本品は「クリンダマイシン塩酸塩」をとり、カプセル剤  
7 の製法により製する。

8 確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「クリンダ  
9 マイシン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量を取り、メタノ  
10 ール2mLを加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液  
11 を試料溶液とする。別にクリンダマイシン塩酸塩標準品  
12 10mgをメタノール2mLに溶かし、標準溶液とする。これら  
13 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を  
14 行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
15 フィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。  
16 次にメタノール/トルエン/アンモニア水(28)混液(140 :  
17 60 : 3)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾  
18 する。これにL-酒石酸溶液(1→5)500mLに次硝酸ピスマス  
19 試液50mLを加えた液を均等に噴霧するとき、試料溶液から  
20 得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの $R_f$ 値は等  
21 しい。

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

24 本品1個をとり、移動相を加え、30分間振り混ぜた後、  
25 1mL中に「クリンダマイシン塩酸塩」約0.75mg(力価)を含  
26 む液となるように移動相を加えて正確に $V$  mLとする。この  
27 液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準  
28 用する。

29 クリンダマイシン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )の量[mg(力価)]

$$30 = M_S \times A_T / A_S \times V / 100$$

31  $M_S$  : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

32 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、  
33 シンカーを用いる)により毎分50回転で試験を行うとき、本  
34 品の75mgカプセルの15分間及び150mgカプセルの30分間の  
35 溶出率はそれぞれ80%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V'$  mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中に「クリンダマイシン塩  
40 酸塩」約83 $\mu$ g(力価)を含む液となるように水を加えて正確に  
41  $V'$  mLとし、試料溶液とする。別にクリンダマイシン塩酸  
42 塩標準品約17mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶  
43 かし、正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
44 標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
45 グラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のクリ  
46 ンダマイシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

47 クリンダマイシン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )の表示量に対する溶出率  
48 (%)

$$49 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450$$

50  $M_S$  : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

51  $C$  : 1カプセル中のクリンダマイシン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )の表  
52 示量[mg(力価)]

53 試験条件

54 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

55 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
56 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
57 リカゲルを充てんする。

58 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

59 移動相 : 0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に8mol/L  
60 水酸化カリウム試液を加え、pH7.5に調整する。この  
61 液550mLにアセトニトリル450mLを加える。

62 流量 : クリンダマイシンの保持時間が約7分になるよう  
63 に調整する。

64 システム適合性

65 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、クリンダマイシンのピークの理論段数  
67 及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0  
68 以下である。

69 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、クリンダマイシンのピー  
71 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

72 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
73 を精密に量り、粉末とする。本品の「クリンダマイシン塩酸  
74 塩」約75mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相を加  
75 え、30分間振り混ぜた後、移動相を加えて正確に100mLと  
76 する。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に  
77 クリンダマイシン塩酸塩標準品約75mg(力価)を精密に量り、  
78 移動相に溶かして正確に100mLとし、標準溶液とする。試  
79 料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液  
80 体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれ  
81 の液のクリンダマイシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

82 クリンダマイシン( $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ )の量[mg(力価)]

$$83 = M_S \times A_T / A_S$$

84  $M_S$  : クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

85 試験条件

86 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

87 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
88 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
89 リカゲルを充てんする。

90 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

91 移動相 : 0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に8mol/L  
92 水酸化カリウム試液を加えてpH7.5に調整する。この  
93 液550mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリ  
94 ル450mLを加える。

95 流量 : クリンダマイシンの保持時間が約7分になるよう  
96 に調整する。

97 システム適合性

98 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
99 操作するとき、クリンダマイシンのピークの理論段数  
100 及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0  
101 以下である。

102 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件



## 2 クリンダマイシン塩酸塩カプセル

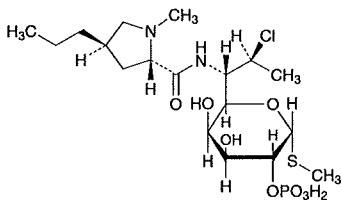
- 103           で試験を6回繰り返すとき、クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 104
- 105 貯法 容器 気密容器。

1 クリンダマイシンリン酸エステル

1 クリンダマイシンリン酸エステル

2 Clindamycin Phosphate

3 リン酸クリンダマイシン



4

5 C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>8</sub>PS : 504.96

6 Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-

7 propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-*L*-threo- $\alpha$ -D-

8 galacto-octopyranoside 2-dihydrogenphosphate

9 [24729-96-2]

10 本品は、クリンダマイシンの誘導体である。

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり800～  
12 846 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クリンダマイ  
13 シン(C<sub>18</sub>H<sub>33</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>6</sub>S : 424.98)としての量を質量(力価)で示  
14 す。

15 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

16 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ  
17 タノール(95)にほとんど溶けない。

18 確認試験 本品を100℃で2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル  
19 測定法 (2.25) のペースト法により試験を行い、本品のスペ  
20 クトルと本品の参照スペクトル又は100℃で2時間乾燥した  
21 クリンダマイシンリン酸エステル標準品のスペクトルを比較  
22 するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強  
23 度の吸収を認める。

24 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +115～+130°(脱水物に換算したも  
25 の0.25g, 水, 25mL, 100mm)。

26 pH (2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～  
27 4.5である。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに  
30 溶かすとき、液は無色澄明である。

31 (2) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(5ppm以  
33 下)。

34 (3) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第4法により検液を調  
35 製し、試験を行う(2ppm以下)。

36 (4) 類縁物質 本品0.1gを移動相100mLに溶かし、試料  
37 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
38 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
39 20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
40 ー (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
41 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクリンダ  
42 マイシンリン酸エステルに対する相対保持時間約1.8のクリ  
43 ンダマイシンのピーク面積は、標準溶液のクリンダマイシン  
44 リン酸エステルのピーク面積の1/2より大きくない。また、  
45 試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステル以外のピークの  
46 合計面積は、標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルの

47 ピーク面積の4倍より大きくない。

48 試験条件

49 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
50 の試験条件を準用する。

51 面積測定範囲：溶媒のピークの後からクリンダマイシン  
52 リン酸エステルの保持時間の約2倍の範囲

53 システム適合性

54 システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステ  
55 ム適合性を準用する。

56 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
57 えて正確に10mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たクリ  
58 ンダマイシンリン酸エステルのピーク面積が、標準溶  
59 液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の  
60 約7～13%になることを確認する。

61 水分 (2.48) 6.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

62 定量法 本品及びクリンダマイシンリン酸エステル標準品約  
63 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれに内標準  
64 溶液25mLを正確に加えて溶かした後、移動相を加えて  
65 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
66 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
67 (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
68 るクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比 $Q_T$ 及  
69 び $Q_S$ を求め、

70 クリンダマイシン(C<sub>18</sub>H<sub>33</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>6</sub>S)の量[ $\mu$ g(力価)]

$$71 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

72  $M_S$  : クリンダマイシンリン酸エステル標準品の秤取量  
73 [mg(力価)]

74 内標準溶液 パラオキシン安息香酸メチルの移動相溶液(3→  
75 50000)

76 試験条件

77 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

78 カラム：内径4mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
79 液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲ  
80 ルを充てんする。

81 カラム温度：25℃付近の一定温度

82 移動相：リン酸二水素カリウム10.54gを水775mLに溶  
83 かし、リン酸を加えてpH2.5に調整する。この液にア  
84 セトニトリル225mLを加える。

85 流量：クリンダマイシンリン酸エステルの保持時間が約  
86 8分になるように調整する。

87 システム適合性

88 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
89 操作するとき、クリンダマイシンリン酸エステル、内  
90 標準物質の順に溶出し、その分離度は4以上である。

91 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
92 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
93 に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面  
94 積の比の相対標準偏差は2.5%以下である。

95 貯法 容器 気密容器。

1 クリンダマイシンリン酸エステル注射液

1 クリンダマイシンリン酸エステル注射液

2 Clindamycin Phosphate Injection

3 リン酸クリンダマイシン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
6 対応するクリンダマイシンリン酸エステル  
7 ( $C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$  : 504.96)を含む。

8 製法 本品は「クリンダマイシンリン酸エステル」をとり、注  
9 射剤の製法により製する。

10 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

11 確認試験 本品の表示量に従い「クリンダマイシンリン酸エス  
12 テル」0.15g(力価)に対応する容量をとり、水4mL、8mol/L  
13 水酸化ナトリウム試液2mL及びペンタシアノニトロシル鉄  
14 (Ⅲ)酸ナトリウム試液0.1mLを加えて振り混ぜた後、水浴中  
15 で10分間加熱し、塩酸2mLを加えるとき、液は青緑色を呈  
16 する。

17 浸透圧比 別に規定する。

18 pH (2.54) 6.0～7.0

19 エンドトキシン (4.01) 0.1EU/mg(力価)未満。

20 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

23 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
24 適合する。

25 定量法 「クリンダマイシンリン酸エステル」約0.3g(力価)に  
26 対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に100mL  
27 とする。この液7mLを正確に量り、内標準溶液25mLを正確  
28 に加え、移動相を加えて100mLとし、試料溶液とする。別  
29 にクリンダマイシンリン酸エステル標準品約20mg(力価)に  
30 対応する量を精密に量り、内標準溶液25mLを正確に加えて  
31 溶かし、次に移動相を加えて100mLとし、標準溶液とする。  
32 以下「クリンダマイシンリン酸エステル」の定量法を準用す  
33 る。

34 クリンダマイシンリン酸エステル( $C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$ )の量  
35 [mg(力価)]

$$36 = M_s \times Q_T / Q_s \times 100 / 7$$

37  $M_s$  : クリンダマイシンリン酸エステル標準品の秤取量  
38 [mg(力価)]

39 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(3→  
40 50000)

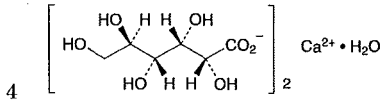
41 貯法 容器 密封容器。

1 グルコン酸カルシウム水和物

1 グルコン酸カルシウム水和物

2 Calcium Gluconate Hydrate

3 グルコン酸カルシウム



5  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CaO}_{14} \cdot \text{H}_2\text{O}$  : 448.39

6 Monocalcium di-D-gluconate monohydrate

7 [299-28-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、グルコン酸カルシウム水和物( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CaO}_{14} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )99.0~104.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒である。

11 本品は水にやや溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品及び薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム10mgずつに水1mLを加え、加温して溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール(95)/水/アンモニア水(28)/酢酸エチル混液(5:3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾し、110°Cで20分間加熱する。冷後、セモリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム(IV)試液を均等に噴霧し、風乾後、110°Cで10分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの色調及びR<sub>f</sub>値は等しい。

26 (2) 本品の水溶液(1→40)はカルシウム塩の定性反応(1.09)の(1)、(2)及び(3)を呈する。

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +6~+11°(乾燥後、0.5g、水、加温、冷後、25mL、100mm)。

30 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに加温して溶かした液のpHは6.0~8.0である。

32 純度試験

33 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

35 (2) 塩化物(1.03) 本品0.40gをとり、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.80mLを加える(0.071%以下)。

37 (3) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下)。

39 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gに水30mL及び希酢酸2mLを加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

43 (5) ヒ素(1.11) 本品0.6gに水5mLを加え、加温して溶かし、希硫酸5mL及び臭素試液1mLを加え、水浴上で加熱濃縮して5mLとする。これを検液とし、試験を行う(3.3ppm以下)。

47 (6) ショ糖及び還元糖 本品0.5gに水10mL及び希塩酸2mLを加えて2分間煮沸し、冷後、炭酸ナトリウム試液5mL

49 を加え、5分間放置し、水を加えて20mLとし、ろ過する。ろ液5mLにフェーリング試液2mLを加えて1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄色~赤色の沈殿を生じない。

52 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g、80°C、2時間)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、水100mLに溶かし、8mol/L水酸化カリウム試液2mL及びNN指示薬0.1gを加え、直ちに0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

58 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
59 1mL  
60 =22.42mg  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CaO}_{14} \cdot \text{H}_2\text{O}$

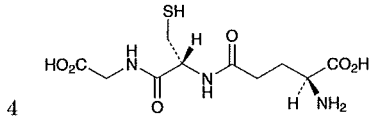
61 貯法 容器 密閉容器。

# 1 グルタチオン

## 1 グルタチオン

2 Glutathione

3 グルタチオン(還元型)



5  $C_{10}H_{17}N_3O_6S$  : 307.32

6 (2S)-2-Amino-4-[1-(carboxymethyl)carbamoyl-(2R)-2-

7 sulfanylethylcarbamoyl]butanoic acid

8 [70-18-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、グルタチオン  
10 ( $C_{10}H_{17}N_3O_6S$ )98.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶け  
13 ない。

14 融点：約185°C(分解)。

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

19 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -15.5~-17.5°(乾燥後, 2g, 水,  
20 50mL, 100mm)。

21 純度試験

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

24 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
25 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
26 下)。

27 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
28 製し、試験を行う(2ppm以下)。

29 (4) 類縁物質 本品0.05gを移動相100mLに溶かし、試料  
30 溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正  
31 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
32 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
33 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
34 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のグルタチ  
35 オンの保持時間の約4倍の保持時間のピーク面積は、標準  
36 溶液のグルタチオンのピーク面積の3/4より大きくない。  
37 また、試料溶液のグルタチオン以外のピークの合計面積は、  
38 標準溶液のグルタチオンのピーク面積より大きくない。

39 試験条件

40 検出器：紫外吸光度計(測定波長：210nm)

41 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
42 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
43 リカゲルを充てんする。

44 カラム温度：30°C付近の一定温度

45 移動相：リン酸二水素カリウム6.8g及び1-ヘプタンス  
46 ルホン酸ナトリウム2.02gを水1000mLに溶かし、リ  
47 ン酸を加えてpH3.0に調整する。この液970mLにメ  
48 タノール30mLを加える。

49 流量：グルタチオンの保持時間が約5分になるように調  
50 整する。

51 面積測定範囲：溶媒のピークの後からグルタチオンの保  
52 持時間の約6倍の範囲

53 システム適合性

54 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
55 えて正確に100mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たグル  
56 タチオンのピーク面積が、標準溶液のグルタチオンの  
57 ピーク面積の8~12%になることを確認する。

58 システムの性能：本品0.05g, D-フェニルグリシン  
59 0.01g及びアスコルビン酸0.05gを水100mLに溶かす。  
60 この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ア  
61 スコルビン酸, グルタチオン, D-フェニルグリシン  
62 の順に溶出し、アスコルビン酸とグルタチオンの分離度  
63 及びグルタチオンとD-フェニルグリシンの分離度  
64 はそれぞれ5以上である。

65 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、グルタチオンのピーク面  
67 積の相対標準偏差は1.5%以下である。

68 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

69 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

70 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、メタリン酸  
71 溶液(1→50)50mLに溶かし、0.05mol/Lヨウ素液で滴定  
72 (2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空  
73 試験を行い、補正する。

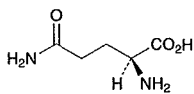
74 0.05mol/Lヨウ素液1mL=30.73mg  $C_{10}H_{17}N_3O_6S$

75 貯法 容器 気密容器。

## 1 L-グルタミン

### 1 L-グルタミン

2 L-Glutamine



4  $C_5H_{10}N_2O_3$  : 146.14

5 (2S)-2,5-Diamino-5-oxopentanoic acid

6 [56-85-9]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-グルタミン  
8 ( $C_5H_{10}N_2O_3$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異な  
10 味がある。

11 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノー  
12 ル(99.5)にほとんど溶けない。

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

17 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +6.3~+7.3° 本品を乾燥し、その  
18 約2gを精密に量り、水45mLを加え、40℃に加熱して溶かし、  
19 冷後、水を加えて正確に50mLとする。この液につき60分以  
20 内に層長100mmで測定する。

21 pH (2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.5~  
22 6.0である。

23 純度試験

24 (1) 溶状 本品0.5gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
25 明である。

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

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

30 (4) アンモニウム (1.02) 本品0.10gをとり、試験を行う。  
31 比較液にはアンモニウム標準液10.0mLを用いる(0.1%以下)。  
32 ただし、本試験は減圧蒸留法により行い、水浴の温度は  
33 45℃とする。

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

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

40 (7) 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mL  
42 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
43 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
44 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
45 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
46 製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢  
47 酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
48 薄層板を80℃で30分間乾燥する。これにニンヒドリンのメ  
49 タノール/酢酸(100)混液(97:3)溶液(1 $\rightarrow$ 100)を均等に噴霧

50 した後、80℃で10分間加熱するとき、試料溶液から得た主  
51 スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより  
52 濃くない。

53 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105℃, 3時間)。

54 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、ギ酸3mL  
56 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
57 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
58 補正する。

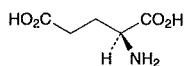
59 0.1mol/L過塩素酸1mL=14.61mg  $C_5H_{10}N_2O_3$

60 貯法 容器 気密容器。

1 L-グルタミン酸

1 L-グルタミン酸

2 L-Glutamic Acid



4 C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>: 147.13

5 (2S)-2-Aminopentanedioic acid

6 [56-86-0]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、L-グルタ  
8 ミン酸(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>)99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異な  
10 味と酸味がある。

11 本品は水に溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど溶け  
12 ない。

13 本品は2mol/L塩酸試液に溶ける。

14 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
15 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
16 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
17 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これ  
18 らのスペクトルに差を認めるときは、本品を少量の水に溶か  
19 し、60℃、減圧で水を蒸発し、残留物を乾燥したものに  
20 き、同様の試験を行う。

21 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : +31.5~+32.5°(乾燥物に換算した  
22 もの2.5g, 2mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

23 pH(2.54) 本品0.7gを水100mLに加温して溶かし、冷却し  
24 た液のpHは2.9~3.9である。

25 純度試験

26 (1) 溶状 本品1.0gを2mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき、  
27 液は無色澄明である。

28 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gをとり、希硝酸6mL及び水  
29 20mLに溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
30 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える  
31 (0.021%以下)。

32 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.6gをとり、希塩酸5mL及び水  
33 30mLに溶かし、水を加えて45mLとする。これを検液とし、  
34 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸5mL  
35 及び水を加えて45mLとする。ただし、検液及び比較液には  
36 塩化バリウム試液5mLずつを加える(0.028%以下)。

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

39 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gに水20mL及び水酸化ナトリ  
40 ウム溶液(1→25)7mLを加え、加温して溶かす。冷後、希酢  
41 酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験  
42 を行う。比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加  
43 えて50mLとする(10ppm以下)。

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

47 (7) 類縁物質 本品約0.5gを精密に量り、塩酸0.5mL及び  
48 水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
49 り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、試料溶  
50 液とする。別にL-アスパラギン酸、L-トレオニン、L-セ

51 リン、L-グルタミン酸、グリシン、L-アラニン、L-シス  
52 チン、L-バリン、L-メチオニン、L-イソロイシン、L-  
53 ロイシン、L-チロジン、L-フェニルアラニン、L-リジン  
54 塩酸塩、塩化アンモニウム、L-ヒスチジン及びL-アルギ  
55 ニンをそれぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り、  
56 0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に1000mLとし、標準原液  
57 とする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加  
58 えて正確に100mLとする。この液6mLを正確に量り、  
59 0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶液と  
60 する。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の  
61 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
62 試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液  
63 1mLに含まれるグルタミン酸以外のアミノ酸の質量を求め、  
64 その質量百分率を算出するとき、グルタミン酸以外の各アミ  
65 ノ酸の量は0.2%以下であり、その合計は0.6%以下である。

66 試験条件

67 検出器: 可視吸光度計(測定波長: 570nm)

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

72 カラム温度: 57℃付近の一定温度

73 反応槽温度: 130℃付近の一定温度

74 反応時間: 約1分

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

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水 和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	—
クエン酸三ナ トリウム二 水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	—
塩化ナトリウ ム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	—
水酸化ナトリ ウム	—	—	—	—	8.00g
エタノール (99.5)	130mL	20mL	4mL	—	100mL
チオジグリコ ール	5mL	5mL	5mL	—	—
ベンジルアル コール	—	—	—	5mL	—
ラウロマク ロール (1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

78 移動相の切換え: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
79 操作するとき、アスパラギン酸、トレオニン、セリン、  
80 グルタミン酸、グリシン、アラニン、シスチン、バリン、  
81 メチオニン、イソロイシン、ロイシン、チロジン、  
82 フェニルアラニン、リジン、アンモニア、ヒスチジン、  
83 アルギニンの順に溶出し、イソロイシンとロイシンの  
84 分離度が1.2以上になるように、移動相A, 移動相B,  
85 移動相C, 移動相D及び移動相Eを順次切り換える。  
86 反応試薬: 酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし、

## 2 L-グルタミン酸

- 87 酢酸(100)123mL, 1-メトキシ-2-プロパノール  
88 401mL及び水を加えて1000mLとし, 10分間窒素を  
89 通じ, (I)液とする. 別に1-メトキシ-2-プロパノ  
90 ール979mLにニンヒドリン39gを加え, 5分間窒素を  
91 通じた後, 水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え, 30  
92 分間窒素を通じ, (II)液とする. (I)液と(II)液を1容  
93 量と1容量の混液とする(用時製する).
- 94 移動相流量: 毎分0.20mL  
95 反応試薬流量: 毎分0.24mL
- 96 システム適合性  
97 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で  
98 操作するとき, グリシンとアラニンの分離度は1.2以  
99 上である.
- 100 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件  
101 で試験を6回繰り返すとき, 標準溶液中の各アミノ酸  
102 のピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下であり, 保  
103 持時間の相対標準偏差は1.0%以下である.
- 104 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105°C, 3時間).  
105 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g).
- 106 定量法 本品約0.12gを精密に量り, 水40mLに加温して溶か  
107 す. 冷後, 0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する  
108 (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.
- 109 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=14.71mg C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>
- 110 貯法 容器 気密容器.



# 1 木クレオソート

## 1 木クレオソート

2 Wood Creosote

3 クレオソート

4 本品は *Pinus* 属諸種植物 (*Pinaceae*), *Cryptomeria* 属諸種  
5 植物 (*Taxodiaceae*), *Fagus* 属諸種植物 (*Fagaceae*), *Azela*  
6 属植物 (*Intsia* 属植物) (*Leguminosae*), *Shorea* 属植物  
7 (*Dipterocarpaceae*) 又は *Tectona* 属植物 (*Verbenaceae*) の幹及  
8 び枝を乾留して得た木タールを原料とし, これを蒸留して  
9 180~230℃ の留分を集め, 更に精製・再蒸留して得られる  
10 フェノール類の混合物である。

11 本品は定量するとき, グアヤコール ( $C_7H_8O_2$ : 124.14) 23  
12 ~35% を含む。

13 性状 本品は無色~微黄色澄明の液で, 特異なおいがある。

14 本品は水に溶けにくい。

15 本品はメタノール又はエタノール (99.5) と混和する。

16 本品の飽和水溶液は酸性である。

17 本品は光を強く屈折する。

18 本品は光又は空気によって徐々に変色する。

19 確認試験 定量法の試料溶液を試料溶液とする。別にフェノール,  
20 *p*-クレゾール, グアヤコール及び2-メトキシ-4-メ  
21 チルフェノール 0.1g をそれぞれメタノールに溶かし,  
22 100mL とする。これらの液 10mL にメタノールを加えて  
23 50mL とし, 標準溶液(1), 標準溶液(2), 標準溶液(3)及び標  
24 準溶液(4)とする。試料溶液, 標準溶液(1), 標準溶液(2), 標  
25 準溶液(3)及び標準溶液(4) 10 $\mu$ L ずつにつき, 次の条件で液体  
26 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき, 試料溶  
27 液から得た主ピークの保持時間は, 標準溶液(1), 標準溶液  
28 (2), 標準溶液(3)及び標準溶液(4)に一致する。

29 試験条件

30 定量法の試験条件を準用する。

31 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$ : 1.076 以上。

32 純度試験

33 (1) 石炭クレオソート 本品 10mL を正確に量り, メタノ  
34 ールを加えて正確に 20mL とし, 試料溶液とする。別にベン  
35 ゴ[a]ピレン, ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]アン  
36 トラセンをそれぞれ 1mg を量り, 必要ならば少量の酢酸エチ  
37 ルに溶かし, メタノールを加えて 100mL とする。この液  
38 1mL にメタノールを加えて 100mL とし, 標準溶液とする。  
39 試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L ずつを正確にとり, 次の条件でガ  
40 スクロマトグラフィー (2.02) により試験を行うとき, 試料  
41 溶液には標準溶液のベンゾ[a]ピレン, ベンズ[a]アントラセ  
42 ン及びジベンズ[a,h]アントラセンに対応する保持時間にピー  
43 クを認めない。ベンゾ[a]ピレン, ベンズ[a]アントラセン  
44 及びジベンズ[a,h]アントラセンに対応する保持時間にピー  
45 クを認めた場合は条件を変更して分析し, これらのピークが  
46 ベンゾ[a]ピレン, ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]  
47 アントラセンでないことを確認する。

48 試験条件

49 検出器: 質量分析計 (EI)

50 モニターイオン:

51 ベンズ[a]アントラセン: 分子イオン  $m/z$  228, フ  
52 ラグメントイオン  $m/z$  114 約 14~20 分

53 ベンゾ[a]ピレン: 分子イオン  $m/z$  252, フラグメ  
54 ントイオン  $m/z$  125 約 20~25 分

55 ジベンズ[a,h]アントラセン: 分子イオン  $m/z$  278,  
56 フラグメントイオン  $m/z$  139 約 25~30 分

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

60 カラム温度: 45℃ 付近の一定温度で注入し, 毎分 40℃  
61 で 240℃ まで昇温し, 240℃ を 5 分間保持した後, 毎分  
62 4℃ で 300℃ まで昇温し, 次いで毎分 10℃ で 320℃ まで  
63 昇温し, 320℃ を 3 分間保持する。

64 注入口温度: 250℃ 付近の一定温度

65 インターフェース温度: 300℃ 付近の一定温度

66 キャリヤーガス: ヘリウム

67 流量: ベンゾ[a]ピレンの保持時間が約 22 分となるよう  
68 に調整する。

69 スプリット比: スプリットレス

70 システム適合性

71 検出の確認: 標準溶液 1mL を正確に量り, メタノール  
72 を加えて正確に 10mL とし, システム適合性試験用溶  
73 液とする。システム適合性試験用溶液 1 $\mu$ L につき, 上  
74 記の条件で操作するとき, それぞれの物質の S/N 比  
75 は 3 以上である。

76 システムの性能: システム適合性試験用溶液 1 $\mu$ L につき,  
77 上記の条件で操作するとき, ベンズ[a]アントラセン,  
78 ベンゾ[a]ピレン, ジベンズ[a,h]アントラセンの順に  
79 流出する。

80 システムの再現性: システム適合性試験用溶液 1 $\mu$ L につ  
81 き, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ベンゾ[a]  
82 ピレン, ベンズ[a]アントラセン及びジベンズ[a,h]ア  
83 ントラセンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ  
84 10% 以下である。

85 (2) アセナフテン 本品 0.12g にメタノールを加えて正確  
86 に 50mL とし, 試料溶液とする。別にアセナフテン 25mg を  
87 メタノールに溶かし, 50mL とする。この液 5mL にメタノ  
88 ールを加えて 20mL とする。この液 2mL にメタノールを加えて  
89 100mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 $\mu$ L  
90 ずつを正確にとり, 次の条件でガスクロマトグラフィー  
91 (2.02) により試験を行うとき, 試料溶液には標準溶液のア  
92 セナフテンに対応する保持時間にピークを認めない。アセナ  
93 フテンに対応する保持時間にピークを認めた場合は条件を変  
94 更して分析し, このピークがアセナフテンでないことを確認  
95 する。

96 試験条件

97 検出器: 水素炎イオン化検出器

98 カラム: 内径 0.25mm, 長さ 60m のフェーズドシリカ管  
99 の内面にガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキ  
100 サンを厚さ 0.25~0.5 $\mu$ m で被覆する。

101 カラム温度: 45℃ 付近の一定温度で注入し, 毎分  
102 11.5℃ で 160℃ まで昇温した後, 毎分 4℃ で 180℃ まで  
103 昇温し, 次いで毎分 8℃ で 270℃ まで昇温し, 270℃ を  
104 3 分間保持する。

105 注入口温度: 250℃

106 検出器温度: 250℃

## 2 木クレオソート

- 107 キャリヤーガス：ヘリウム  
108 流量：アセナフテンの保持時間が約18分となるように  
109 調整する。  
110 スプリット比：スプリットレス  
111 システム適合性  
112 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
113 を加えて正確に10mLとし、システム適合性試験用溶  
114 液とする。システム適合性試験用溶液1 $\mu$ Lにつき、上  
115 記の条件で操作するとき、アセナフテンのSN比は3  
116 以上である。  
117 システムの再現性：システム適合性試験用溶液1 $\mu$ Lにつ  
118 き、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アセナフ  
119 テンのピーク面積の相対標準偏差は6.0%以下である。  
120 (3) 他の不純物 本品1.0mLに石油ベンジン2mLを加え、  
121 水酸化バリウム試液2mLを加えて振り混ぜた後、放置する  
122 とき、上層は青色又は汚褐色を呈しない。また、下層は赤色  
123 を呈しない。  
124 蒸留試験 (2.57) 200~220°C, 85vol%以上。  
125 定量法 本品約0.1gを精密に量り、メタノールを加えて正確に  
126 50mLとする。この液10mLを正確に量り、メタノールを加  
127 えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に定量用グアヤ  
128 コール約30mgを精密に量り、メタノールを加えて正確に  
129 50mLとする。この液10mLを正確に量り、メタノールを加  
130 えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
131 溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
132 フィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のグアヤコ  
133 ールのピーク面積 $A_r$ 及び $A_s$ を測定する。  
134 グアヤコール( $C_7H_8O_2$ )の量(mg) =  $M_s \times A_r / A_s$   
135  $M_s$  : 定量用グアヤコールの秤取量(mg)  
136 試験条件  
137 検出器：紫外吸光度計(測定波長：275nm)  
138 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
139 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
140 リカゲルを充てんする。  
141 カラム温度：40°C付近の一定温度  
142 移動相：水/アセトニトリル混液(4 : 1)  
143 流量：グアヤコールの保持時間が約9分となるように調  
144 整する。  
145 システム適合性  
146 システムの性能：グアヤコール及びフェノール2mgずつ  
147 をメタノールに溶かし、10mLとする。この液10 $\mu$ L  
148 につき、上記の条件で操作するとき、フェノール、グ  
149 アヤコールの順に溶出し、その分離度は2.5以上であ  
150 る。  
151 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
152 で試験を6回繰り返すとき、グアヤコールのピーク面  
153 積の相対標準偏差は1.5%以下である。  
154 貯法  
155 保存条件 遮光して保存する。  
156 容器 気密容器。

1 クレゾール

1 クレゾール

2 Cresol

3  $C_7H_8O$  : 108.14

4 本品はクレゾール異性体の混合物である。

5 性状 本品は無色又は黄色～黄褐色澄明の液で、フェノールの  
6 ようなおいがある。

7 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する。

8 本品は水にやや溶けにくい。

9 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

10 本品の飽和水溶液はプロモクレゾールパープル試液に対し  
11 て中性である。

12 本品は光を強く屈折させる。

13 本品は光により、また、長く放置するとき、暗褐色となる。

14 確認試験 本品の飽和水溶液5mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴  
15 加えるとき、液は青紫色を呈する。

16 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 1.032～1.041

17 純度試験

18 (1) 炭化水素 本品1.0mLを水60mLに溶かすとき、その  
19 混濁は次の比較液より濃くない。

20 比較液 : 水54mLに0.005mol/L硫酸6.0mL及び塩化バリウ  
21 ム試液1.0mLを加えてよく振り混ぜた後、5分間放置す  
22 る。

23 (2) イオウ化合物 本品20mLを100mLの三角フラスコに  
24 とり、フラスコの口に潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙をおき、水浴上で  
25 5分間加温するとき、酢酸鉛(Ⅱ)紙は黄色を呈することがあ  
26 っても、褐色又は暗色を呈しない。

27 蒸留試験 (2.57) 196～206°C, 90vol%以上。

28 貯法

29 保存条件 遮光して保存する。

30 容器 気密容器。

1 クレゾール水

1 クレゾール水

2 Cresol Solution

3 本品は定量するとき、クレゾール1.25～1.60vol%を含む。

4 製法

クレゾール石ケン液	30mL
常水、精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

5 以上をとり、混和して製する。

6 性状 本品は黄色の澄明又はわずかに混濁した液で、クレゾール  
7 ルのにおいがある。

8 確認試験 定量法で得た油層0.5mLに水30mLを加えて振り混  
9 ぜた後、ろ過する。ろ液を試料溶液とし、次の試験を行う。

10 (1) 試料溶液5mLに塩化鉄(III)試液1～2滴を加えるとき、  
11 液は青紫色を呈する。

12 (2) 試料溶液5mLに臭素試液1～2滴を加えるとき、淡黄  
13 色綿状の沈殿を生じる。

14 定量法 本品200mLを正確に量り、500mLの蒸留フラスコに  
15 入れ、塩化ナトリウム40g及び希硫酸3mLを加え、蒸留装置  
16 を連結する。受器には塩化ナトリウムの粉末30g及び正確に  
17 ケロシン3mLを加えたカシアフラスコを用いて蒸留し、留  
18 液が90mLになったとき、冷却器の水を除き、蒸留を続け、  
19 その先端から水蒸気が出始めたとき、蒸留をやめ、カシアフ  
20 ラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウム  
21 を溶かし、15分間放置する。次に15℃に冷却し、塩化ナト  
22 リウムを飽和した水を加え、時々振り動かして3時間以上放  
23 置し、析出する油滴を弱く揺り動かし1～2分間放置して油  
24 層に合わせ、油層の容量を量り、得た値(mL)から3mLを減  
25 じ、クレゾールの量(mL)とする。

26 貯法 容器 気密容器。

# 1 クレゾール石ケン液

## 1 クレゾール石ケン液

### 2 Saponated Cresol Solution

3 本品は定量するとき、クレゾール42～52vol%を含む。

#### 4 製法

クレゾール	500mL
植物油	300mL
水酸化カリウム	適量
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

5 けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」，「精  
6 製水」又は「精製水(容器入り)」適量を加えて溶かし，この  
7 液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノ  
8 ール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱して  
9 けん化を続ける。けん化が完了した後，「クレゾール」を加  
10 えて澄明になるまでよくかき混ぜ，適量の「常水」，「精製  
11 水」又は「精製水(容器入り)」を加えて，全量を1000mLと  
12 して製する。ただし，「水酸化カリウム」の代わりに「水酸  
13 化ナトリウム」の対応量を使用することができる。

14 性状 本品は黄褐色～赤褐色の粘稠性のある液で，クレゾール  
15 臭がある。

16 本品は水，エタノール(95)又はグリセリンと混和する。

17 本品はアルカリ性である。

18 確認試験 純度試験(3)の留出した液につき，「クレゾール」  
19 の確認試験を準用する。

#### 20 純度試験

21 (1) アルカリ 本品0.50mLに中和エタノール10mLを混  
22 和し，フェノールフタレイン試液2～3滴及び1mol/L塩酸  
23 0.10mLを加えるとき，液は赤色を呈しない。

24 (2) 未けん化物 本品1.0mLに水5mLを加えて振り混ぜ  
25 るとき，液は澄明である。

26 (3) クレゾール留分 本品180mLを2000mLの蒸留フラ  
27 スコに入れ，水300mL及び希硫酸100mLを加え，水蒸気蒸  
28 留を行い，留出液が澄明になったとき，冷却器の水を除き蒸  
29 留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，再び冷却水  
30 を通じ5分間蒸留する。留液に，留液100mL当たり，塩化ナ  
31 トリウム20gを加えて溶かした後，放置して析出する澄明の  
32 油層を分取し，乾燥用塩化カルシウムを粉末としたもの15g  
33 をよく振り混ぜながら，少量ずつ加え，4時間放置した後，  
34 ろ過し，ろ液50mLを正確に量り，蒸留するとき196～  
35 206℃で43mL以上を留出する。

36 定量法 本品5mLを正確に量り，500mLの蒸留フラスコに入  
37 れ，用いたピペットは15分間垂直に保持して内容液を流出  
38 させた後，水200mL，塩化ナトリウム40g及び希硫酸3mLを  
39 加え，蒸留装置を連結し，受器には塩化ナトリウムの粉末  
40 30g及び正確にクロシン3mLを加えたカシアフラスコを用い  
41 て蒸留し，留液が90mLになったとき，冷却器の水を除き，  
42 蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をや  
43 め，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩  
44 化ナトリウムを溶かし，15分間放置する。次に15℃に冷却  
45 し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして  
46 3時間以上放置し，析出する油滴を弱く振り動かし1～2分間  
47 放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値(mL)か

48 ら3mLを減じクレゾールの量(mL)とする。

#### 49 貯法

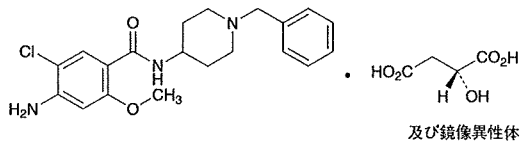
50 保存条件 遮光して保存する。

51 容器 気密容器。

1 クレボプリドリンゴ酸塩

2 Clebopride Malate

3 リンゴ酸クレボプリド



5  $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$  : 507.96

6 4-Amino-N-(1-benzylpiperidin-4-yl)-5-chloro-

7 2-methoxybenzamide mono-(2RS)-malate

8 [57645-91-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クレボプリドリンゴ  
10 酸塩( $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$ )98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けや  
13 すく、水にやや溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

14 本品のメタノール溶液(1→25)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→80000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
19 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
20 る。

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

25 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
26 色を呈する。

27 純度試験

28 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gを酢酸(100)20mLに溶かし、  
29 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
30 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに酢酸  
31 (100)20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする  
32 (0.009%以下)。

33 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
34 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
35 下)。

36 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相10mLに溶かし、試料  
37 溶液とする。この液0.2mLを正確に量り、移動相を加えて正  
38 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
39 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
40 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
41 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクレボプ  
42 リド以外のピークの合計面積は、標準溶液のクレボプリドの  
43 ピーク面積より大きくない。

44 試験条件

45 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に7μm  
47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

48 リカゲルを充てんする。

49 カラム温度：25℃付近の一定温度

50 移動相：酢酸アンモニウム3.85gを水に溶かして500mL  
51 とし、孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過  
52 する。ろ液400mLにメタノール600mLを加える。

53 流量：クレボプリドの保持時間が約15分となるように  
54 調整する。

55 面積測定範囲：クレボプリドの保持時間の約2倍の範囲  
56 システム適合性

57 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、水を加えて  
58 正確に100mLとする。この液10μLから得たクレボプ  
59 リドのピーク面積が、標準溶液のクレボプリドのピー  
60 ク面積の7~13%になることを確認する。

61 システムの性能：本品30mg及びパラオキシ安息香酸プ  
62 ロピル5mgを移動相に溶かし、100mLとする。この  
63 液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、パラオ  
64 キシ安息香酸プロピル、クレボプリドの順に溶出し、  
65 その分離度は3以上である。

66 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
67 で試験を6回繰り返すとき、クレボプリドのピーク面  
68 積の相対標準偏差は2.5%以下である。

69 (4) 残留溶媒 別に規定する。

70 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
73 (100)30mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
74 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

75 0.1mol/L 過塩素酸1mL=50.80mg  $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$

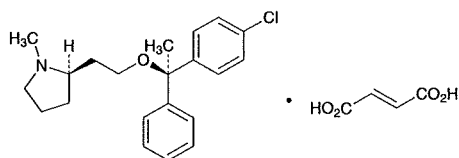
76 貯法 容器 気密容器。

1 クレマスチンフマル酸塩

1 クレマスチンフマル酸塩

2 Clemastine Fumarate

3 フマル酸クレマスチン



4

5  $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$  : 459.96

6 (2*R*)-2-[2-[(1*R*)-1-(4-Chlorophenyl)-1-

7 phenylethoxy]ethyl]-1-methylpyrrolidine monofumarate

8 [14976-57-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クレマスチンフマル  
10 酸塩( $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けにくく、エタ  
13 ノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けに  
14 く、水にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品5mgに硫酸5mLを加えて振り混ぜて溶かすとき、  
17 液は黄色を呈する。この液を水10mL中に徐々に滴加すると  
18 き、液の色は直ちに消える。

19 (2) 本品0.01gに発煙硝酸1mLを加え、水浴上で蒸発乾固  
20 した後、薄めた塩酸(1→2)2mL及び亜鉛粉末0.2gを加え、水  
21 浴上で10分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液に水20mLを加  
22 えた液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。

23 (3) 本品の水溶液(1→50000)5mLに4-ジメチルアミノベン  
24 ズアルデヒド試液5mLを加え、10分間加温するとき、液  
25 は赤紫色を呈する。

26 (4) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
27 色を呈する。

28 (5) 本品0.04g及び薄層クロマトグラフィー用フマル酸  
29 0.01gをとり、それぞれにエタノール(95)/水混液(4:  
30 1)2mLを加えて穏やかに加温して溶かし、試料溶液及び標  
31 準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
32 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
33 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
34 て調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテ  
35 ル/ギ酸/水混液(90:7:3)を展開溶媒として約10cm展開  
36 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を  
37 照射するとき、試料溶液から得たスポットのうち $R_f$ 値が大  
38 きい方のスポットは、標準溶液から得たスポットと $R_f$ 値が  
39 等しい。

40 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : +16~+18°(乾燥後, 0.1g, メタノ  
41 ール, 10mL, 100mm).

42 融点(2.60) 176~180°C(分解).

43 純度試験

44 (1) 溶状 本品0.5gをメタノール10mLに加温して溶かす  
45 とき、液は無色澄明である。

46 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
47 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

48 下).

49 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
50 製し、試験を行う(2ppm以下).

51 (4) 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試  
52 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
53 えて正確に250mLとし、標準溶液(1)とする。この液5mLを  
54 正確に量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶  
55 液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
56 (2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準  
57 溶液(2)の5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル  
58 を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム  
59 /メタノール/アンモニア水(28)混液(90:10:1)を展開溶  
60 媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴  
61 霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、直ちに過酸化水  
62 素試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット  
63 以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃く  
64 なく、かつ、標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポッ  
65 トは2個以下である。

66 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間).

67 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g).

68 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
69 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
70 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

71 0.1mol/L過塩素酸1mL=46.00mg  $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$

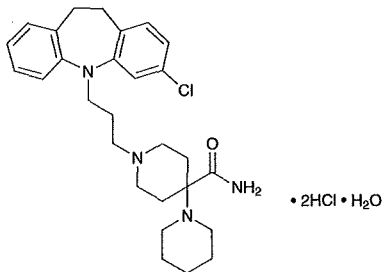
72 貯法 容器 気密容器。

1 クロカプラミン塩酸塩水和物

2 Clozapramine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸クロカプラミン

4 クロカプラミン塩酸塩



5

6  $C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl \cdot H_2O$  : 572.01

7 1'-[3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5H-dibenzo[b,f]azepin-5-

8 yl)propyl]-1,4'-bipiperidine-4'-carboxamide

9 dihydrochloride monohydrate

10 [60789-62-0]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、クロカプラミン塩酸  
12 塩( $C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl$  : 553.99)98.0%以上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
14 味は苦い。

15 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水又はメタノールにやや  
16 溶けにくく、エタノール(95)、クロロホルム又はイソプロピ  
17 ルアミンに溶けにくく、無水酢酸又はジエチルエーテルにほ  
18 とんど溶けない。

19 本品は光によって徐々に着色する。

20 融点 : 約260°C(分解, 乾燥後)。

21 確認試験

22 (1) 本品の水溶液(1→2500)5mLに硝酸1mLを加えるとき、  
23 液の色は初め青色を呈し、直ちに濃くなり、更に緑色～黄緑  
24 色に変わる。

25 (2) 本品のメタノール溶液(1→40000)につき、紫外可視  
26 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
27 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
28 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
29 る。

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

34 (4) 本品0.1gに水10mLを加え、加温して溶かし、冷後、  
35 アンモニア試液2mLを加えてろ過する。ろ液に希硝酸を加  
36 えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

37 純度試験

38 (1) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gに水40mLを加え、加温して  
39 溶かし、冷後、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。こ  
40 れを検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
41 0.50mLを加える(0.048%以下)。

42 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以

44 下)。

45 (3) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
46 て行う。本品0.10gをクロロホルム/イソプロピルアミン混  
47 液(99 : 1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを  
48 正確に量り、クロロホルム/イソプロピルアミン混液(99 :  
49 1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの  
50 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
51 う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフ  
52 ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にス  
53 ポットする。次にジエチルエーテル/酢酸エチル/メタノ  
54 ル/アンモニア水(28)混液(100 : 70 : 40 : 1)を展開溶媒とし  
55 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主  
56 波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット  
57 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
58 乾燥減量(2.41) 2.0~3.5%(0.5g, 減圧・0.67kPa以下, 酸  
59 化リン(V), 105°C, 4時間)。

60 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

61 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
62 酢酸(100)混液(6 : 1)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
63 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
64 補正する。

65 0.1mol/L過塩素酸1mL=27.70mg  $C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl$

66 貯法

67 保存条件 遮光して保存する。

68 容器 気密容器。



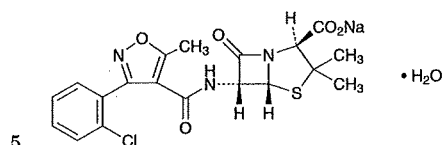
# 1 クロキサシリンナトリウム水和物

## 1 クロキサシリンナトリウム水和物

2 Cloxacillin Sodium Hydrate

3 クロキサシリンナトリウム

4 メチルクロルフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



6  $C_{19}H_{17}ClN_3NaO_6S \cdot H_2O$  : 475.88

7 Monosodium(2*S*,5*R*,6*R*)-6-([3-(2-chlorophenyl)-5-

8 methylisoxazole-4-carbonyl]amino)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-

9 thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

10 monohydrate

11 [7081-44-9]

12 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり900～  
13 960μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クロキサシリ  
14 ン( $C_{19}H_{18}ClN_3O_6S$  : 435.88)としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

16 本品は水、*N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに  
17 溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくい。

### 18 確認試験

19 (1) 本品のメタノール溶液(1→2500)につき、紫外可視吸  
20 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
21 スペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナト  
22 リウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを  
23 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところと同様  
24 の強度の吸収を認める。

25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
26 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
27 品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品の  
28 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
29 ところに同様の強度の吸収を認める。

30 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +163～+171°(脱水物に換算したも  
32 の1g, 水, 100mL, 100mm)。

33 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～  
34 7.5である。

### 35 純度試験

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

38 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
40 下)。

41 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第5法により検液を調  
42 製し、試験を行う(2ppm以下)。

43 (4) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
44 溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加えて  
45 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
46 液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
47 イー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピー

48 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクロキ  
49 サシリン以外の個々のピーク面積は標準溶液のクロキサシ  
50 リンのピーク面積より大きくない。

### 51 試験条件

52 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

53 カラム：内径6mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの  
54 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
55 カゲルを充てんする。

56 カラム温度：25℃付近の一定温度

57 移動相：リン酸水素二アンモニウム4.953gを水700mL  
58 に溶かし、アセトニトリル250mLを加える。この液  
59 にリン酸を加えてpH4.0に調整した後、水を加えて正  
60 確に1000mLとする。

61 流量：クロキサシリンの保持時間が約24分になるよう  
62 に調整する。

63 面積測定範囲：クロキサシリンの保持時間の約3倍の範  
64 囲

### 65 システム適合性

66 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
67 えて正確に10mLとする。この液10μLから得たクロ  
68 キサシリンのピーク面積が、標準溶液のクロキサシリ  
69 ンのピーク面積の7～13%になることを確認する。

70 システムの性能：クロキサシリンナトリウム標準品約  
71 50mgを正確に量り、適量の移動相に溶かし、グアイ  
72 フェネシンの移動相溶液(1→200)5mLを加え、更に  
73 移動相を加えて正確に50mLとし、システム適合性試  
74 験用溶液とする。システム適合性試験用溶液10μLに  
75 つき、上記の条件で操作するとき、グアイフェネシン、  
76 クロキサシリンの順に溶出し、その分離度は25以上  
77 である。

78 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLに  
79 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グアイ  
80 フェネシンのピーク面積に対するクロキサシリンのピー  
81 ク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

82 水分(2.48) 3.0～4.5%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

83 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
84 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

85 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

86 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

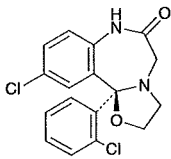
87 (iii) 標準溶液 クロキサシリンナトリウム標準品約  
88 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH7.0の0.05mol/L  
89 リン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとする。この液適  
90 量を正確に量り、pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加え  
91 て1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し、そ  
92 れぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

93 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
94 り、pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に  
95 100mLとする。この液適量を正確に量り、pH7.0の  
96 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び  
97 5μg(力価)を含む液を調製し、それぞれ高濃度試料溶液及び  
98 低濃度試料溶液とする。

99 貯法 容器 気密容器。

## 1 クロキサゾラム

2 Cloxazolam



3 及び鏡像異性体

4  $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$  : 349.215 (1*bRS*)-10-Chloro-11*b*-(2-chlorophenyl)-2,3,7,11*b*-6 tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-7 6(5*H*)-one

8 [24166-13-0]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロキサゾラム  
10 ( $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味は  
12 ない。

13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、ジクロロメタンにやや溶  
14 けにくく、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けに  
15 にくく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶  
16 けない。

17 本品は希塩酸に溶ける。

18 本品は光によって徐々に着色する。

19 融点：約200°C(分解)。

## 20 確認試験

21 (1) 本品0.01gにエタノール(99.5)10mLを加え、加熱して  
22 溶かした後、塩酸1滴を加えるとき、液は淡黄色を呈し、紫  
23 外線(主波長365nm)を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。  
24 また、この液に水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき、  
25 液の色及び蛍光は直ちに消える。

26 (2) 本品0.01gをとり、希塩酸5mLを加え、水浴中で10分  
27 間加熱して溶かし、冷却する。この液1mLは芳香族第一ア  
28 ミンの定性反応(1.09)を呈する。

29 (3) 本品2gを200mLのフラスコに量り、エタノール  
30 (95)50mL及び水酸化ナトリウム試液25mLを加え、還流冷  
31 却器を付け4時間加熱還流する。冷後、希塩酸で中和した後、  
32 ジクロロメタン30mLで抽出する。抽出液は無水硫酸ナトリ  
33 ウム3gを加えて脱水し、ろ過した後、ジクロロメタンを留  
34 去する。残留物にメタノール5mLを加え、水浴上で加熱し  
35 て溶かした後、氷水中で急冷する。析出した結晶をろ取り、  
36 減圧、60°Cで1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は87~  
37 91°Cである。

38 (4) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫  
39 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
40 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
41 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
42 認める。

43 (5) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
44 色を呈する。

45 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$ (244nm) : 390~410(乾燥後、1mg, エタ  
46 ノール(99.5), 100mL)。

## 47 純度試験

48 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り  
49 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液25mLをとり、  
50 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
51 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える  
52 (0.014%以下)。

53 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
54 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
55 下)。

56 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをケルダールフラスコに入れ、  
57 硫酸5mL及び硝酸5mLを加え、穏やかに加熱する。更に  
58 時々硝酸2~3mLずつを追加して液が無色から淡黄色となる  
59 まで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液  
60 15mLを加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して2~  
61 3mLとする。冷後、水を加えて10mLとする。この液を検液  
62 とし、試験を行う(2ppm以下)。

63 (4) 類縁物質 本品0.05gをジクロロメタン10mLに溶か  
64 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、ジクロロ  
65 メタンを加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これ  
66 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
67 を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグ  
68 ラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板  
69 にスポットする。風乾後直ちにトルエン/アセトン混液(5:  
70 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
71 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
72 得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポッ  
73 トより濃くない。

74 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

76 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
77 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
78 (指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定  
79 の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。  
80 同様の方法で空試験を行い、補正する。

81  $0.1\text{mol/L}$ 過塩素酸1mL = 34.92mg  $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$

## 82 貯法

83 保存条件 遮光して保存する。

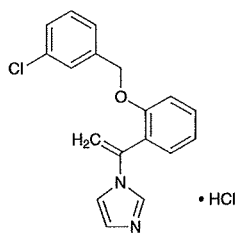
84 容器 気密容器。

1 クロコナゾール塩酸塩

1 クロコナゾール塩酸塩

2 Croconazole Hydrochloride

3 塩酸クロコナゾール



5  $C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$  : 347.24

6 1-{1-[2-(3-Chlorobenzoyloxy)phenyl]vinyl}-1*H*-imidazole

7 monohydrochloride

8 [77174-66-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロコナゾール塩酸  
10 塩( $C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
12 本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)、メタノール又  
13 はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとん  
14 ど溶けない。

15 確認試験

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

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

25 (3) 本品0.05gを水10mLに溶かし、水酸化ナトリウム試  
26 液2mLを加え、更にジエチルエーテル20mLを加えて振り混  
27 ぜる。水層を分取し、ジエチルエーテル10mLずつで2回洗  
28 い、希硝酸2mLを加えて酸性とした液は塩化物の定性反応  
29 (1.09)を呈する。

30 融点(2.60) 148～153°C

31 純度試験

32 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。

35 (2) 類縁物質 本品50mgをメタノール10mLに溶かし試  
36 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
37 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
38 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
39 料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
40 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
41 する。次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/アンモニア  
42 水(28)混液(30:15:5:1)を展開溶媒として約10cm展開し  
43 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照  
44 射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポッ  
45 ト以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くな

46 い。

47 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 60°C, 4時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸  
50 (100)10mLに溶かし、無水酢酸40mLを加え、0.1mol/L過塩  
51 素酸で滴定(2.50)する(指示薬:マラカイトグリーンシュウ  
52 酸塩の酢酸(100)溶液(1→100)1～2滴)。ただし、滴定の終点  
53 は液の青緑色が緑色を経て黄緑色になるときとする。同様  
54 の方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.72mg  $C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$

56 貯法

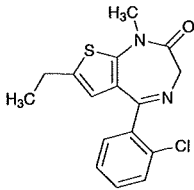
57 保存条件 遮光して保存する。

58 容器 気密容器。

1 クロチアゼパム

1 クロチアゼパム

2 Clotiazepam



3

4  $C_{16}H_{15}ClN_2OS$  : 318.82

5 5-(2-Chlorophenyl)-7-ethyl-1-methyl-1,3-dihydro-2H-

6 thieno[2,3-e][1,4]diazepin-2-one

7 [33671-46-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クロチアゼパム  
9 ( $C_{16}H_{15}ClN_2OS$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、にお  
11 いはなく、味はわずかに苦い。

12 本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、エ  
13 タノール(95)、アセトン、酢酸(100)又は酢酸エチルに溶け  
14 やすく、ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど  
15 溶けない。

16 本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける。

17 本品は光によって徐々に着色する。

18 確認試験

19 (1) 本品0.01gを硫酸3mLに溶かし、この液に紫外線(主波  
20 長365nm)を照射するとき、淡黄色の蛍光を発する。

21 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、紫  
22 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
23 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
24 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

26 (3) 本品0.01gをとり、薄めた過酸化水素(30)(1→5)10mL  
27 を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)により操作し、  
28 検液を調製する。装置のAの上部に少量の水を入れ、注意し  
29 てCをとり、メタノール15mLでC、B及びAの内壁を洗い込  
30 み、ここで得た液を試験液とする。試験液15mLに、希硝酸  
31 0.5mLを加えた液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

32 また、残りの試験液は硫酸塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

33 融点(2.60) 106～109°C

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
36 液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

37 比較液：色の比較液C 5mLをとり、0.01mol/L塩酸試液を  
38 加えて10mLとする。

39 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、30分間振  
40 り混ぜた後、ろ過する。ろ液30mLに希硝酸6mL及び水を加  
41 えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液に  
42 は0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.015%以下)。

43 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
44 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
45 下)。

46 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調

47 製し、試験を行う(2ppm以下)。

48 (5) 類縁物質 本品0.25gをアセトン10mLに溶かし、試  
49 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
50 て正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトン  
51 を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
52 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。

53 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
54 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
55 トする。次にクロロホルム/アセトン混液(5:1)を展開溶媒  
56 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外  
57 線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポ  
58 ット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃く  
59 ない。

60 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 80°C, 3時間)。

61 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

62 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
63 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
64 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

65 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.88mg  $C_{16}H_{15}ClN_2OS$

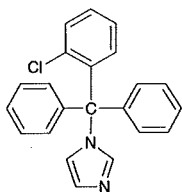
66 貯法

67 保存条件 遮光して保存する。

68 容器 気密容器。

## 1 クロトリマゾール

2 Clotrimazole



3

4  $C_{22}H_{17}ClN_2$  : 344.84

5 1-[2-Chlorophenyl]-(diphenyl)methyl]-1H-imidazole

6 [23593-75-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、クロトリマゾール  
8 ( $C_{22}H_{17}ClN_2$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

10 本品はジクロロメタン又は酢酸(100)に溶けやすく、*N,N*-  
11 ジメチルホルムアミド、メタノール又はエタノール(95)に  
12 やや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほと  
13 んど溶けない。

## 14 確認試験

15 (1) 本品0.1gに5mol/L塩酸試液10mLを加え、加温して溶  
16 かし、冷後、ライネック塩試液3滴を加えるとき、淡赤色の  
17 沈殿を生じる。18 (2) 本品のメタノール溶液(1→5000)につき、紫外可視吸  
19 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
20 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
21 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。22 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
24 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
25 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。26 (4) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
27 色を呈する。

28 融点(2.60) 142~145°C

## 29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.5gをジクロロメタン10mLに溶かすとき、  
31 液は無色澄明である。32 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gを*N,N*-ジメチルホルムア  
33 ミド40mLに溶かし、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとす  
34 る。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
35 0.60mLに*N,N*-ジメチルホルムアミド40mL、希硝酸6mL  
36 及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)。37 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gをメタノール10mLに溶かし、  
38 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
39 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLにメタノール  
40 10mL、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以  
41 下)。42 (4) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
44 下)。45 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
46 製し、試験を行う(2ppm以下)。47 (6) イミダゾール 本品0.10gをとり、ジクロロメタン  
48 10mLを正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に薄層ク  
49 ロマトグラフィー用イミダゾール25mgをとり、ジクロロメ  
50 タンに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量  
51 り、ジクロロメタンを加えて正確に50mLとし、標準溶液と  
52 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
53 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層  
54 クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に  
55 スポットする。次にメタノール/クロロホルム混液(3:2)を  
56 展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。こ  
57 れに次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、15分間風  
58 乾した後、ヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧すると  
59 き、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液か  
60 ら得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。61 (7) (2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール 本品  
62 0.20gをとり、ジクロロメタン10mLを正確に加えて溶かし、  
63 試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用(2-クロロ  
64 フェニル)-ジフェニルメタノール10mgをとり、ジクロロメ  
65 タンに溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。これ  
66 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
67 を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグ  
68 ラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板  
69 にスポットする。次に酢酸エチル/アンモニア水(28)混液  
70 (50:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
71 する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、標準溶  
72 液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポ  
73 ットは、標準溶液のスポットより濃くない。

74 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

76 定量法 本品を乾燥し、その約0.35gを精密に量り、酢酸  
77 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
78 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。79 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.48mg  $C_{22}H_{17}ClN_2$ 

## 80 貯法

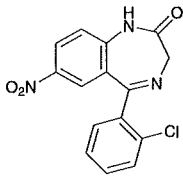
81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 密閉容器。

1 クロナゼパム

1 クロナゼパム

2 Clonazepam



3

4  $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$  : 315.71

5 5-(2-Chlorophenyl)-7-nitro-1,3-dihydro-2H-1,4-

6 benzodiazepin-2-one

7 [1622-61-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クロナゼパム  
9 ( $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく、メタノー  
12 ル又はエタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルに極  
13 めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品は光によって徐々に着色する。

15 融点：約240°C(分解)。

16 確認試験

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

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

26 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
27 色を呈する。

28 純度試験

29 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り  
30 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。初めのろ液20mL  
31 を除き、次のろ液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mL  
32 とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L  
33 塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする  
34 (0.022%以下)。

35 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
37 下)。

38 (3) 類縁物質 本品0.25gをアセトン10mLに溶かし、試  
39 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
40 て正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、アセト  
41 ンを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの液  
42 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
43 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
44 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
45 トする。次にニトロメタン/アセトン混液(10:1)を展開溶  
46 媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫

47 外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主ス  
48 ポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃  
49 くない。

50 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 4時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸  
53 70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
54 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.57mg  $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$

56 貯法

57 保存条件 遮光して保存する。

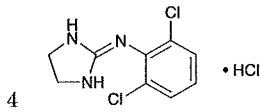
58 容器 密閉容器。

# 1 クロニジン塩酸塩

## 1 クロニジン塩酸塩

2 Clonidine Hydrochloride

3 塩酸クロニジン



5  $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$  : 266.55

6 2-(2,6-Dichlorophenylimino)imidazolidine

7 monohydrochloride

8 [4205-91-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロニジン塩酸塩  
10 ( $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノール(95)に  
13 やや溶けやすく、酢酸(100)に溶けにくく、無水酢酸又はジ  
14 エチルエーテルにほとんど溶けない。

### 15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→1000)5mLにドラーゲンドルフ試液  
17 6滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

18 (2) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(3→10000)につき、紫  
19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
21 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
22 認める。

23 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
24 塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
25 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
26 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (4) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
28 する。

29 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～  
30 5.5である。

### 31 純度試験

32 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
33 明である。

34 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
36 下)。

37 (3) ヒ素(1.11) 本品0.5gをとり、第3法により検液を調  
38 製し、試験を行う(4ppm以下)。

39 (4) 類縁物質 本品0.20gをメタノール2mLに溶かし、試  
40 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
41 えて正確に100mLとする。この液1mL及び2mLを正確に量  
42 り、それぞれにメタノールを加えて正確に20mLとし、標準  
43 溶液(1)及び標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層ク  
44 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液、標  
45 準溶液(1)及び標準溶液(2)2μLずつを薄層クロマトグラフィ  
46 ー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次  
47 にトルエン/1,4-ジオキサン/エタノール(99.5)/アンモ  
48 ニア水(28)混液(10:8:2:1)を展開溶媒として約12cm展開

49 した後、薄層板を風乾する。これを100°Cで1時間乾燥した  
50 後、次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、15分間風  
51 乾する。これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧す  
52 るとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以  
53 外のスポットは、標準溶液(2)から得たスポットより濃くな  
54 く、かつ主スポット及び原点のスポット以外のスポットのう  
55 ち標準溶液(1)から得たスポットより濃いスポットは3個以下  
56 である。

57 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
60 (100)30mLを加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸70mL  
61 を加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。  
62 同様の方法で空試験を行い、補正する。

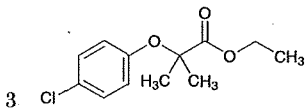
63 0.1mol/L過塩素酸1mL=26.66mg  $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$

64 貯法 容器 気密容器。

1 クロフィブラート

1 クロフィブラート

2 Clofibrate



4 C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>ClO<sub>3</sub> : 242.70

5 Ethyl 2-(4-chlorophenoxy)-2-methylpropanoate

6 [637-07-0]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、クロフィブ  
8 ラート(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>ClO<sub>3</sub>)98.0%以上を含む。

9 性状 本品は無色～淡黄色の澄明な油状の液で、特異なにおい  
10 があり、味は初め苦く後に甘い。

11 本品はメタノール、エタノール(95)、エタノール(99.5)、  
12 ジエチルエーテル又はヘキサンと混和し、水にほとんど溶け  
13 ない。

14 本品は光によって徐々に分解する。

15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき、紫外  
17 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1又はクロフィブ  
19 ラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを  
20 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
21 の強度の吸収を認める。また、本品のエタノール(99.5)溶液  
22 (1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸  
23 収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペ  
24 クトル2又はクロフィブラート標準品について同様に操作し  
25 て得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
26 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の液  
28 膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペ  
29 クトル又はクロフィブラート標準品のスペクトルを比較する  
30 とき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の  
31 吸収を認める。

32 屈折率(2.45) n<sub>D</sub><sup>20</sup> : 1.500~1.505

33 比重(2.56) d<sub>20</sub><sup>20</sup> : 1.137~1.144

34 純度試験

35 (1) 酸 本品2.0gを中和エタノール100mLに溶かし、フ  
36 エノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム  
37 液0.20mLを加えるとき、液の色は赤色である。

38 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
40 下)。

41 (3) ヒ素(1.11) 本品5.0gに硝酸20mL及び硫酸5mLを加  
42 え、白煙が発するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝  
43 酸5mLを加え、白煙が発生するまで加熱し、この操作を液  
44 が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、シュウ酸アンモ  
45 ニウム飽和溶液15mLを加え、再び白煙が発生するまで加熱  
46 し、冷後、水を加えて25mLとする。この液5mLを検液とし、  
47 試験を行う。

48 標準色：本品を用いないで同様に操作して調製した液

49 5mLを発生瓶にとり、ヒ素標準液2.0mLを加え、以下  
50 検液の試験と同様に操作する(2ppm以下)。

51 (4) 4-クロロフェノール 本品1.0gをとり、内標準溶液  
52 1mLを正確に加え、更に移動相を加えて5mLとし、試料溶  
53 液とする。別に4-クロロフェノール10mgをとり、ヘキサ  
54 ン/2-プロパノール混液(9:1)に溶かし、正確に100mLと  
55 する。この液10mLを正確に量り、ヘキサン/2-プロパノ  
56 ール混液(9:1)を加えて正確に50mLとする。この液6mLを  
57 正確に量り、内標準溶液4mLを正確に加え、更に移動相を  
58 加えて20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
59 20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
60 より試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に  
61 対する4-クロロフェノールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を  
62 求めるとき、Q<sub>T</sub>はQ<sub>S</sub>より大きくない。

63 内標準溶液 4-エトキシフェノールの移動相溶液(1→  
64 30000)

65 操作条件

66 検出器：紫外吸光度計(測定波長：275nm)

67 カラム：内径約4mm、長さ約30cmのステンレス管に5  
68 ~10μmの液体クロマトグラフィー用シアプロピル  
69 シリル化シリカゲルを充てんする。

70 カラム温度：25℃付近の一定温度

71 移動相：ヘキサン/2-プロパノール/酢酸(100)混液  
72 (1970:30:1)

73 流量：クロフィブラートの保持時間が約2分になるよう  
74 に調整する。

75 カラムの選定：本品10.0g、4-クロロフェノール6mg  
76 及び4-エトキシフェノール6mgをヘキサン1000mL  
77 に溶かす。この液20μLにつき、上記の条件で操作す  
78 るとき、クロフィブラート、4-クロロフェノール、  
79 4-エトキシフェノールの順に溶出し、クロフィブラ  
80 ートと4-クロロフェノールの分離度が5以上及び4-  
81 クロロフェノールと4-エトキシフェノールの分離度  
82 が2.0以上のものを用いる。

83 水分(2.48) 0.2%以下(5g、容量滴定法、直接滴定)。

84 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

85 定量法 本品約0.5gを精密に量り、0.1mol/L水酸化カリウム・  
86 エタノール液50mLを正確に加え、二酸化炭素吸収管(ソー  
87 ダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて水浴中でしばしば振り  
88 混ぜながら2時間加熱する。冷後、直ちに過量の水酸化カリ  
89 ウムを0.1mol/L塩酸で滴定(2.50)する(指示薬：フェノール  
90 フタレイン試液3滴)。同様の方法で空試験を行う。

91 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL  
92 =24.27mg C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>ClO<sub>3</sub>

93 貯法

94 保存条件 遮光して保存する。

95 容器 気密容器。



# 1 クロフィブラートカプセル

## 1 クロフィブラートカプセル

### 2 Clofibrate Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 クロフィブラート( $C_{12}H_{15}ClO_3$ : 242.70)を含む。

5 製法 本品は「クロフィブラート」をとり、カプセル剤の製法  
6 により製する。

7 確認試験 カプセルを切り開き、内容物を取り出し、試料とす  
8 る。試料のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき、紫外可  
9 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定する  
10 とき、波長278～282nmに吸収の極大を示す。また、試料のエ  
11 タノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
12 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長224  
13 ～228nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験 4-クロロフェノール 本品20個以上をとり、カプ  
15 セルを切り開き、内容物を取り出し、よく混和したもの1.0g  
16 をとり、以下「クロフィブラート」の純度試験(4)を準用す  
17 る。

18 内標準溶液 4-エトキシフェノールの移動相溶液(1→  
19 30000)

20 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、カプ  
21 セルを切り開き、内容物を取り出し、カプセルをジエチルエ  
22 ーテル少量で洗い、室温で放置してジエチルエーテルを除い  
23 た後、質量を精密に量る。カプセル内容物のクロフィブラ  
24 ート( $C_{12}H_{15}ClO_3$ )約0.1gに対応する量を精密に量り、アセトニ  
25 トリルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確  
26 に量り、内標準溶液5mLを正確に加えて試料溶液とする。  
27 別にクロフィブラート標準品約0.1gを精密に量り、試料溶液  
28 と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
29 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
30 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクロフィ  
31 ブラートのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

32 クロフィブラート( $C_{12}H_{15}ClO_3$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

33  $M_S$ : 脱水物に換算したクロフィブラート標準品の秤取量  
34 (mg)

35 内標準溶液 イブプロフェンの移動相溶液(1→100)

36 操作条件

37 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 275nm)

38 カラム: 内径約4mm、長さ約30cmのステンレス管に5  
39 ～10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシ  
40 リル化シリカゲルを充てんする。

41 カラム温度: 25℃付近の一定温度

42 移動相: アセトニトリル/薄めたリン酸(1→1000)混液  
43 (3:2)

44 流量: クロフィブラートの保持時間が約10分になるよ  
45 うに調整する。

46 カラムの選定: クロフィブラート0.05g及びイブプロ  
47 フェン0.3gをアセトニトリル50mLに溶かす。この液  
48 10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、イブプロ  
49 フェン、クロフィブラートの順に溶出し、分離度が6  
50 以上のものを用いる。

51 貯法

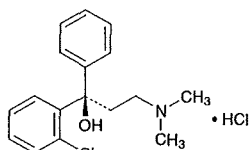
52 保存条件 遮光して保存する。

53 容器 密閉容器。

1 クロフェダノール塩酸塩

2 Clofedanol Hydrochloride

3 塩酸クロフェダノール



4 及び鏡像異性体

5  $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$  : 326.26

6 (1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-3-dimethylamino-1-

7 phenylpropan-1-ol monohydrochloride

8 [511-13-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロフェダノール塩  
10 酸塩( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はメタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶け  
13 やすく、水にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど  
14 溶けない。

15 本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない。

16 融点：約190℃(分解、ただし乾燥後)。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→2500)につき、紫  
19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
21 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
22 認める。

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

27 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(1.09)を  
28 呈する。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
32 下)。

33 (2) 類縁物質 本品0.05gをメタノール25mLに溶かし、  
34 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
35 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
36 標準溶液3μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
37 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
38 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のク  
39 ロフェダノール以外のピークの合計面積は、標準溶液のクロ  
40 フェダノールのピーク面積より大きくない。

41 操作条件

42 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

43 カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に  
44 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
45 ル化シリカゲルを充てんする。

46 カラム温度：40℃付近の一定温度

47 移動相：メタンサルホン酸カリウム1.34gを薄めたリン

48 酸(1→1000)に溶かし、1000mLとする。この液  
49 650mLにメタノール350mLを加える。

50 流量：クロフェダノールの保持時間が約9分になるよう  
51 に調整する。

52 カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル  
53 0.01gずつをメタノールに溶かし、100mLとする。こ  
54 の液3μLにつき、上記の条件で操作するとき、クロフ  
55 エダノール、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、  
56 その分離度が4以上のものを用いる。

57 検出感度：標準溶液3μLから得たクロフェダノールのピ  
58 ーク高さがフルスケールの20～50%になるように調  
59 整する。

60 面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロフェダノール  
61 の保持時間の約3倍の範囲

62 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(1g、減圧、シリカゲル、80℃、3  
63 時間)。

64 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

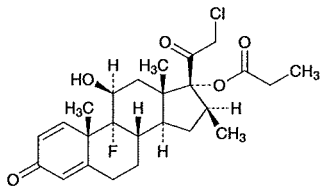
65 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
66 (100)15mLに溶かし、無水酢酸35mLを加え、0.1mol/L過塩  
67 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
68 を行い、補正する。

69 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.63mg  $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$

70 貯法 容器 気密容器。

1 クロベタゾールプロピオン酸エステル

2 Clobetasol Propionate  
3 プロピオン酸クロベタゾール



4  $C_{25}H_{32}ClFO_5$  : 466.97  
5 21-Chloro-9-fluoro-11 $\beta$ ,17-dihydroxy-  
6 16 $\beta$ -methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17-propanoate  
7 [25122-46-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クロベタゾールプロ  
9 ピオン酸エステル( $C_{25}H_{32}ClFO_5$ )97.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、  
12 水にほとんど溶けない。

13 本品は光によって徐々に黄色となる。

14 融点 : 約196°C(分解)。

15 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
16 ベースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参  
17 照スペクトル又はクロベタゾールプロピオン酸エステル標準  
18 品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波  
19 数のところと同様の強度の吸収を認める。

20 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +109~+115°(乾燥後, 0.1g, メタ  
21 ノール, 10mL, 100mm)。

22 純度試験

23 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
24 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
25 下)。

26 (2) 類縁物質 本品10mgを移動相100mLに溶かし、試料  
27 溶液とする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正  
28 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
29 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
30 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
31 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクロベタ  
32 ゾールプロピオン酸エステル以外のピーク的面積は、標準溶  
33 液のクロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積の2  
34 /5より大きくない。また、試料溶液のクロベタゾールプロ  
35 ピオン酸エステル以外のピークの合計面積は、標準溶液のク  
36 ロベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積より大きく  
37 ない。

38 試験条件

39 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
40 の試験条件を準用する。

41 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からクロベタゾールプロ  
42 ピオン酸エステルの保持時間の約2.5倍の範囲

43 システム適合性

44 検出の確認 : 標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
45 えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たクロ

46 ベタゾールプロピオン酸エステルのピーク面積が、標  
47 準溶液のクロベタゾールプロピオン酸エステルのピー  
48 ク面積の2.8~5.2%になることを確認する。

49 システムの性能 : 本品20mgをメタノール20mLに溶か  
50 す。この液5mLにプロピオン酸ベクロメタゾンのメ  
51 タノール溶液(1→1000)10mLを加えた後、移動相を  
52 加えて50mLとする。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条  
53 件で操作するとき、クロベタゾールプロピオン酸エス  
54 テル、ベクロメタゾンプロピオン酸エステルの順に溶  
55 出し、その分離度は8以上である。

56 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
57 で試験を6回繰り返すとき、クロベタゾールプロピオ  
58 ン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以  
59 下である。

60 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

61 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g, 白金ろつば)。

62 定量法 本品及びクロベタゾールプロピオン酸エステル標準品  
63 を乾燥し、その約10mgずつを精密に量り、それぞれを移動  
64 相に溶かし、内標準溶液100mLずつを正確に加えた後、移  
65 動相を加えて250mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
66 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
67 トグラフィ (2.01) により試験を行い、内標準物質のピー  
68 ク面積に対するクロベタゾールプロピオン酸エステルのピー  
69 ク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

70 クロベタゾールプロピオン酸エステル( $C_{25}H_{32}ClFO_5$ )の量  
71 (mg)

$$72 = M_S \times Q_T / Q_S$$

73  $M_S$  : クロベタゾールプロピオン酸エステル標準品の秤取  
74 量(mg)

75 内標準溶液 プロピオン酸ベクロメタゾンの移動相溶液(1  
76 →5000)

77 試験条件

78 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

79 カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
80 の液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シ  
81 リカゲルを充てんする。

82 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

83 移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水  
84 900mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.5に調整し、  
85 水を加え1000mLとする。この液425mLにアセトニ  
86 トリル475mL及びメタノール100mLを加える。

87 流量 : クロベタゾールプロピオン酸エステルの保持時間  
88 が約10分になるように調整する。

89 システム適合性

90 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
91 操作するとき、クロベタゾールプロピオン酸エステル、  
92 内標準物質の順に溶出し、その分離度は8以上である。

93 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
95 に対するクロベタゾールプロピオン酸エステルのピー  
96 ク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

97 貯法

2 クロベタゾールプロピオン酸エステル

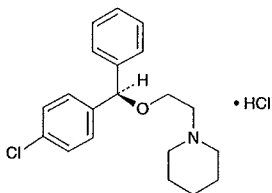
- 99 保存条件 遮光して保存する.
- 100 容器 気密容器.

1 クロペラスチン塩酸塩

1 クロペラスチン塩酸塩

2 Cloperastine Hydrochloride

3 塩酸クロペラスチン



4 及び鏡像異性体

5 C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO · HCl : 366.32

6 1-{2-[(RS)-(4-

7 Chlorophenyl)phenylmethoxy]ethyl}piperidine

8 monohydrochloride

9 [14984-68-0]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、クロペラスチン塩酸  
11 塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO · HCl)98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水、メタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に  
14 極めて溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすい。

15 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2500)につき、紫外  
18 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、  
20 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
21 認める。また、本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→62500)に  
22 つき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトル  
23 を測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比  
24 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の  
25 強度の吸収を認める。

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

30 (3) 本品の水溶液(1→100)10mLにアンモニア試液2mL及  
31 びジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後、水層を分  
32 取し、ジエチルエーテル20mLで洗い、ろ過する。ろ液に希  
33 硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (1.09) を呈  
34 する。

35 融点 (2.60) 148~152°C

36 純度試験

37 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
39 下)。

40 (2) 類縁物質 本品40mgを移動相50mLに溶かし、試料  
41 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
42 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
43 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
44 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
45 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクロペラ  
46 スチンに対する相対保持時間約0.8及び約3.0のピーク面積は、

47 それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積より大きく  
48 なく、かつ、相対保持時間約2.0のピーク面積は標準溶液の  
49 クロペラスチンのピーク面積の5/3より大きくない。また、  
50 試料溶液のクロペラスチン及び上記のピーク以外のピークの  
51 面積は、それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の  
52 3/5よりも大きくない。更に、それらのピークの合計面積  
53 は、標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の2倍より大き  
54 くない。

55 操作条件

56 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

57 カラム：内径約5mm、長さ約15cmのステンレス管に  
58 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
59 ル化シリカゲルを充てんする。

60 カラム温度：25°C付近の一定温度

61 移動相：メタノール/0.1mol/Lリン酸二水素カリウム  
62 試液/過塩素酸混液(500 : 250 : 1)

63 流量：クロペラスチンの保持時間が約7分になるように  
64 調整する。

65 カラムの選定：本品0.03g及びベンゾフェノン0.04gを移  
66 動相100mLに溶かす。この液2.0mLをとり、移動相  
67 を加えて50mLとする。この液20μLにつき、上記の  
68 条件で操作するとき、クロペラスチン、ベンゾフェノ  
69 ンの順に溶出し、その分離度が6以上のものを用いる。  
70 検出感度：標準溶液20μLから得たクロペラスチンのピー  
71 ーク高さがフルスケールの約30%になるように調整  
72 する。

73 面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロペラスチンの  
74 保持時間の約4倍の範囲

75 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

76 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

77 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
78 酢酸(100)混液(7 : 3)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
79 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
80 補正する。

81 0.1mol/L過塩素酸1mL=36.63mg C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO · HCl

82 貯法

83 保存条件 遮光して保存する。

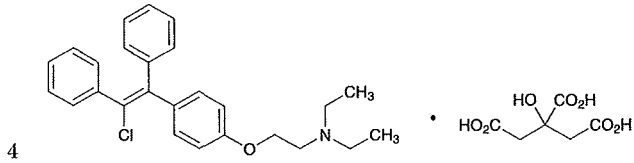
84 容器 気密容器。

1 クロミフェンクエン酸塩

1 クロミフェンクエン酸塩

2 Clomifene Citrate

3 クエン酸クロミフェン



5  $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$  : 598.08

6 2-[4-(2-Chloro-1,2-diphenylvinyl)phenoxy]-N,N-

7 diethylethylamine monocitrate

8 [50-41-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄白色の粉末で、においはない。

12 本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 融点：約115℃

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→200)2mLにライネック塩試液2mLを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

20 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロミフェンクエン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品のメタノール溶液(1→200)はクエン酸塩の定性反応(1.09)の(1)及び(2)を呈する。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gをメタノール30mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

31 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

34 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 3時間)。  
35 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

36 異性体比 本品0.10gに水10mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加え、ジエチルエーテル15mLずつで3回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ、水20mLで洗った後、ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム10gを加え、1分間振り混ぜた後、ろ過し、ジエチルエーテルを留去する。残留物をクロロホルム10mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。保持時間20分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 $A_a$ 及び保持時間の大きい方のピーク面積 $A_b$ を測定するとき、 $A_b/(A_a + A_b)$ は0.3～0.5である。

47 試験条件

48 検出器：水素炎イオン化検出器

49 カラム：内径3mm, 長さ1mの管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを125～150μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に1%の割合で被覆したものを充てんする。

53 カラム温度：195℃付近の一定温度

54 キャリヤーガス：窒素

55 流量：クロミフェンクエン酸塩の2つのピークのうち先に流出するピークの保持時間が約20分になるように調整する。

58 システム適合性

59 システムの性能：試料溶液2μLにつき、上記の条件で操作するとき、2つのピークの分離度は1.3以上である。

61 システムの再現性：試料溶液2μLにつき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、 $A_b/(A_a + A_b)$ の相対標準偏差は5.0%以下である。

64 定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

68 0.1mol/L過塩素酸1mL=59.81mg  $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$

69 貯法

70 保存条件 遮光して保存する。

71 容器 気密容器。

# 1 クロミフェンクエン酸塩錠

## 1 クロミフェンクエン酸塩錠

2 Clomifene Citrate Tablets

3 クエン酸クロミフェン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 クロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ ; 598.08)を  
6 含む。

7 製法 本品は「クロミフェンクエン酸塩」をとり、錠剤の製法  
8 により製する。

### 9 確認試験

10 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「クロミフェンクエン  
11 酸塩」1gに対応する量をとり、クロロホルム100mLを加え  
12 て激しく振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で濃縮し、室温  
13 で放置した後、析出した結晶をろ取し、少量のクロロホルム  
14 で洗う。この結晶につき、「クロミフェンクエン酸塩」の確  
15 認試験(1)及び(3)を準用する。

16 (2) (1)の結晶の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→5000)につき、  
17 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
18 するとき、波長233~237nm及び290~294nmに吸収の極大  
19 を示す。

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

22 本品1個をとり、水10mLを加えて崩壊するまで振り混ぜ  
23 る。次にメタノール50mLを加え、10分間振り混ぜた後、メ  
24 タノールを加えて正確に100mLとする。この液を遠心分離  
25 し、上澄液4mLを正確に量り、1mL中にクロミフェンクエン  
26 酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )約20 $\mu$ gを含む液となるように  
27 メタノールを加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。以  
28 下定量法を準用する。

29 クロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )の量(mg)

$$30 = M_S \times A_T / A_S \times V / 100$$

31  $M_S$ : クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

32 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第1液900mLを用い、パド  
33 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間  
34 の溶出率は80%以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
37 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
38 正確に量り、表示量に従い1mL中にクロミフェンクエン酸  
39 塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )約28 $\mu$ gを含む液となるように試験  
40 液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にクロ  
41 ミフェンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として3  
42 時間減圧乾燥し、その約28mgを精密に量り、メタノールに  
43 溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、試  
44 験液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶  
45 液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度  
46 測定法(2.24)により試験を行い、波長291nmにおける吸光  
47 度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

48 クロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )の表示量に  
49 対する溶出率(%)

$$50 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

51  $M_S$ : クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

52  $C$ : 1錠中のクロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot$

53  $C_6H_8O_7$ )の表示量(mg)

54 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
55 とする。クロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )約  
56 50mgに対応する量を精密に量り、メタノール50mLを加え、  
57 10分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に100mLと  
58 する。この液の一部をとり、遠心分離した後、上澄液4mL  
59 を正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、試  
60 料溶液とする。別にクロミフェンクエン酸塩標準品をデシケ  
61 ーター(減圧、酸化リン(V))で3時間乾燥し、その約50mgを  
62 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。  
63 この液4mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に  
64 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
65 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
66 295nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

67 クロミフェンクエン酸塩( $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$ )の量(mg)

$$68 = M_S \times A_T / A_S$$

69  $M_S$ : クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

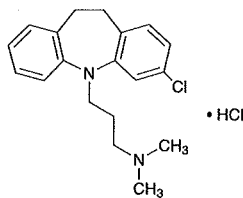
70 貯法 容器 気密容器。

# 1 クロミプラミン塩酸塩

## 1 クロミプラミン塩酸塩

2 Clomipramine Hydrochloride

3 塩酸クロミプラミン



5  $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl : 351.31$

6 3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5H-dibenzo[b,f]azepin-

7 5-yl)-N,N-dimethylpropylamine monohydrochloride

8 [17321-77-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロミプラミン塩酸  
10 塩( $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。  
12 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、水、メタノール又  
13 はクロロホルムに溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けや  
14 すく、無水酢酸にやや溶けにくく、アセトンに溶けにくく、  
15 酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

### 16 確認試験

17 (1) 本品3mgを硝酸1mLに溶かすとき、液は濃青色を呈  
18 する。

19 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき、紫  
20 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
21 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。

24 (3) 本品1gを分液漏斗にとり、水10mLを加えて溶かし、  
25 水酸化ナトリウム試液5mLを加え、ジエチルエーテル30mL  
26 ずつで2回抽出する[水層は確認試験(4)に使用]。ジエチルエ  
27 ーテル抽出液を合わせ、水20mLを加えて振り混ぜた後、ジ  
28 エチルエーテル層を分取し、少量の無水硫酸ナトリウムで乾  
29 燥し、ろ過する。ろ液は水浴上で加温してジエチルエーテル  
30 を蒸発する。残留物につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行う  
31 とき、緑色を呈する。

32 (4) (3)で得水層に希硝酸を加えて中性とした液は、塩  
33 化物の定性反応(1.09)を呈する。

34 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～  
35 5.0である。

36 融点(2.60) 192～196°C

### 37 純度試験

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

40 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
41 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
42 下)。

43 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
44 製し、試験を行う(2ppm以下)。

45 (4) 類縁物質 本品0.20gをとり、メタノール10mLを正  
46 確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸イミプラミン

47 20mgを量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとし、標  
48 準溶液(1)とする。更に試料溶液1mLを正確に量り、メタノ  
49 ールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、  
50 メタノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液(2)とする。  
51 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
52 試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLず  
53 つを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した  
54 薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アセトン/アンモ  
55 ニア水(28)混液(15:5:1)を展開溶媒として約10cm展開し  
56 た後、薄層板を風乾する。これにニクロム酸カリウム・硫酸  
57 試液を均等に噴霧するとき、標準溶液(1)から得たスポット  
58 に対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液  
59 (1)のスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット  
60 及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液(2)から得  
61 たスポットより濃くない。

62 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

63 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

64 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
65 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
66 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
67 補正する。

68 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.13mg  $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$

### 69 貯法

70 保存条件 遮光して保存する。

71 容器 密閉容器。



1 クロム酸ナトリウム( $^{51}\text{Cr}$ )注射液

1 クロム酸ナトリウム( $^{51}\text{Cr}$ )注射液

2 Sodium Chromate ( $^{51}\text{Cr}$ ) Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品はクロム-51をクロム酸ナトリウムの形で含む。

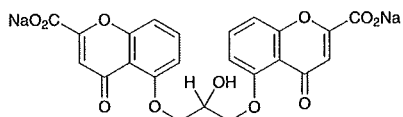
5 本品は放射性医薬品基準のクロム酸ナトリウム( $^{51}\text{Cr}$ )注射  
6 液の条に適合する。

7 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒  
8 子試験法を適用しない。

9 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液で、においはないか、又は  
10 保存剤によるにおいがある。

1 クロモグリク酸ナトリウム

2 Sodium Cromoglicate



3

4  $C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$  : 512.33

5 Disodium 5,5'-(2-hydroxytrimethylenedioxy)bis(4-oxo-4H-  
6 1-benzopyran-2-carboxylate)  
7 [15826-37-6]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、クロモグリ  
9 ク酸ナトリウム( $C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は初め  
11 はないが、後にわずかに苦い。

12 本品は水に溶けやすく、プロピレングリコールにやや溶け  
13 にくく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、2-プロパノ  
14 ール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は吸湿性である。

16 本品は光により徐々に黄色を帯びる。

17 確認試験

18 (1) 本品0.1gを水2mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液  
19 2mLを加え、1分間煮沸するとき、液は黄色を呈し、冷後、  
20 濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液0.5mLを加えるとき、液は  
21 暗赤色を呈する。

22 (2) 本品のpH7.4のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につ  
23 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
24 測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較す  
25 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
26 の吸収を認める。

27 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.50gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
30 ~微黄色澄明である。

31 (2) 酸又はアルカリ 本品2.0gに新たに煮沸して冷却した  
32 水40mLを加えて溶かし、プロモチモールブルー試液6滴を  
33 加え、試料溶液とする。試料溶液20mLに0.1mol/L水酸化ナ  
34 トリウム液0.25mLを加えるとき、液の色は青色である。ま  
35 た、試料溶液20mLに0.1mol/L塩酸0.25mLを加えるとき、  
36 液の色は黄色である。

37 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
39 下)。

40 (4) シュウ酸塩 本品0.25gをとり、水に溶かし、正確に  
41 50mLとし、試料溶液とする。別にシュウ酸二水和物49mg  
42 を正確に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液  
43 5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶  
44 液とする。試料溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り、  
45 それぞれにサリチル酸鉄試液5mLを正確に加えた後、水  
46 を加えて50mLとする。これらの液につき、水を対照とし、紫  
47 外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長  
48 480nmにおける試料溶液から得た液の吸光度は、標準溶液

49 から得た液の吸光度より小さくない。

50 (5) 類縁物質 本品0.20gを水10mLに溶かし、試料溶液  
51 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mL  
52 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
53 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
54 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
55 10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
56 り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノー  
57 ル/クロロホルム/酢酸(100)混液(9:9:2)を展開溶媒とし  
58 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主  
59 波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット  
60 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
61 乾燥減量(2.41) 10.0%以下(1g, 減圧, 105°C, 4時間)。

62 定量法 本品約0.18gを精密に量り、プロピレングリコール  
63 25mL及び2-プロパノール5mLを加え、加温して溶かし、  
64 冷後、1,4-ジオキサン30mLを加え、0.1mol/L過塩素酸・  
65 1,4-ジオキサン液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様  
66 の方法で空試験を行い、補正する。

67 0.1mol/L過塩素酸・1,4-ジオキサン液1mL  
68 =25.62mg  $C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$

69 貯法

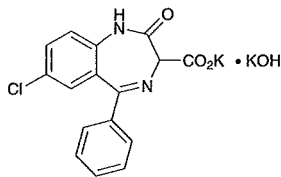
70 保存条件 遮光して保存する。

71 容器 気密容器。

1 クロラゼパ酸二カリウム

1 クロラゼパ酸二カリウム

2 Clorazepate Dipotassium



3

4 C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>ClKN<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · KOH : 408.92

5 Monopotassium 7-chloro-2-oxo-5-phenyl-2,3-dihydro-

6 1H-1,4-benzodiazepine-3-carboxylate

7 mono(potassium hydroxide)

8 [57109-90-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロラゼパ酸二カリ  
10 ウム(C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>ClKN<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · KOH)98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)に極めて溶けに  
13 くい。

14 本品は酢酸(100)に溶ける。

15 本品1gを水100mLに溶かした液のpHは11.5~12.5である。

16 本品は光によって徐々に黄色となる。

17 確認試験

18 (1) 本品30mg及び金属ナトリウム50mgをとり、注意し  
19 て徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、エタノール(99.5)3  
20 滴及び水5mLを加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液  
21 は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

22 (2) 本品の水溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度測  
23 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
24 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
25 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

30 (4) 本品はカリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

31 純度試験

32 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gをとり、水20mLに溶かし、  
33 アセトン20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。  
34 これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
35 0.40mLにアセトン20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mL  
36 とする(0.014%以下)。

37 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
39 下)。

40 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
41 製し、試験を行う(2ppm以下)。

42 (4) 類縁物質 本品15mgを水/炭酸カリウム溶液(97→  
43 1000)/アセトニトリル混液(3:1:1)25mLに溶かし、試料  
44 溶液とする。この液1mLを正確に量り、水/炭酸カリウム  
45 溶液(97→1000)/アセトニトリル混液(3:1:1)を加えて正  
46 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

47 は速やかに調製し、3分以内に試験を行う。試料溶液及び標  
48 準溶液5μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
49 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
50 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクロ  
51 ラゼパ酸に対する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピー  
52 ク面積は、標準溶液のクロラゼパ酸のピーク面積より大き  
53 くなく、クロラゼパ酸及びノルジアゼパム以外のピークの面  
54 積は、標準溶液のクロラゼパ酸のピーク面積の1/5より大  
55 きくない。また、試料溶液のクロラゼパ酸以外のピークの合  
56 計面積は、標準溶液のクロラゼパ酸のピーク面積の2倍より  
57 大きくない。ただし、クロラゼパ酸に対する相対保持時間約  
58 3.0のノルジアゼパムのピーク面積は、自動積分法で求めた  
59 面積に感度係数0.64を乗じた値とする。

60 試験条件

61 検出器：紫外吸光度計(測定波長：232nm)

62 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
63 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
64 リカゲルを充てんする。

65 カラム温度：25℃付近の一定温度

66 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物13.8gを水  
67 500mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて  
68 pH8.0に調整した液100mLに、アセトニトリル  
69 400mL及び水300mLを加える。

70 流量：クロラゼパ酸の保持時間が約1.3分になるように  
71 調整する。

72 面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロラゼパ酸の保  
73 持時間の約10倍の範囲

74 システム適合性

75 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/炭酸カ  
76 リウム溶液(97→1000)/アセトニトリル混液(3:1:  
77 1)を加えて正確に25mLとする。この液5μLから得た  
78 クロラゼパ酸のピーク面積が、標準溶液のクロラゼパ  
79 酸のピーク面積の15~25%になることを確認する。

80 システムの性能：標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
81 作するとき、クロラゼパ酸のピークの理論段数及びシン  
82 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下で  
83 ある。

84 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
85 試験を6回繰り返すとき、クロラゼパ酸のピーク面積  
86 の相対標準偏差は1.5%以下である。

87 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、60℃、  
88 5時間)。

89 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、酢酸  
90 (100)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
91 (指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)。ただし、滴定  
92 の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。  
93 同様の方法で空試験を行い、補正する。

94 0.1mol/L過塩素酸1mL=13.63mg C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>ClKN<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · KOH

95 貯法

96 保存条件 遮光して保存する。

97 容器 気密容器。

# 1 クロラゼパ酸二カリウムカプセル

## 1 クロラゼパ酸二カリウムカプセル

### 2 Clorazepate Dipotassium Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 クロラゼパ酸二カリウム( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ : 408.92)  
5 を含む。

6 製法 本品は「クロラゼパ酸二カリウム」をとり、カプセル剤  
7 の製法により製する。

8 確認試験 定量法で得た試料溶液10mLに水を加えて20mLと  
9 する。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
10 吸収スペクトルを測定するとき、波長228~232nmに吸収の  
11 極大を示す。

12 純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、粉末とする。  
13 表示量に従い「クロラゼパ酸二カリウム」15mgに対応する  
14 量を取り、水/炭酸カリウム溶液(97→1000)/アセトニト  
15 リル混液(3:1:1)を加えて25mLとした後、10分間振り混  
16 ぜる。この液を孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターで  
17 ろ過し、初めのろ液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とす  
18 る。この液1mLを正確に量り、水/炭酸カリウム溶液(97→  
19 1000)/アセトニトリル混液(3:1:1)を加えて正確に  
20 200mLとし、標準溶液とする。以下「クロラゼパ酸二カリ  
21 ウム」の純度試験(4)を準用する。ただし、試料溶液のクロ  
22 ラゼパ酸に対する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピ  
23 ーク面積は、標準溶液のクロラゼパ酸のピーク面積の3倍よ  
24 り大きくない。また、試料溶液のクロラゼパ酸及びノルジア  
25 ゼパム以外のピークの合計面積は、標準溶液のクロラゼパ  
26 酸のピーク面積より大きくない。ただし、クロラゼパ酸に対  
27 する相対保持時間約3.0のノルジアゼパムのピーク面積は、自  
28 動積分法で求めた面積に感度係数0.64を乗じた値とする。

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

31 本品1個をとり、水70mLを加えて15分間振り混ぜた後、  
32 水を加えて正確に100mLとする。この液を遠心分離し、上  
33 澄液V mLを正確に量り、1mL中にクロラゼパ酸二カリウム  
34 ( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )約12 $\mu$ gを含む液となるように水  
35 を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。以下定量法を  
36 準用する。

37 クロラゼパ酸二カリウム( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )の量(mg)  
38  $=M_S \times A_T/A_S \times V'/V \times 2/25$

39  $M_S$ : 定量用クロラゼパ酸二カリウムの秤取量(mg)

40 溶性(6.10) 試験液に水900mLを用い、シンカーを使用し  
41 て、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品  
42 の30分間の溶出率は80%以上である。

43 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
44 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
45 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
46 正確に量り、表示量に従い1mL中にクロラゼパ酸二カリウ  
47 ム( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )約8.3 $\mu$ gを含む液となるように水  
48 を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
49 クロラゼパ酸二カリウムを酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ C  
50 で5時間減圧乾燥し、その約21mgを精密に量り、水に溶か  
51 し、正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、水を

52 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
53 標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験  
54 を行い、波長252nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

55 クロラゼパ酸二カリウム( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )の表示量  
56 に対する溶出率(%)

$$57 = M_S \times A_T/A_S \times V'/V \times 1/C \times 36$$

58  $M_S$ : 定量用クロラゼパ酸二カリウムの秤取量(mg)

59  $C$ : 1カプセル中のクロラゼパ酸二カリウム  
60 ( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )の表示量(mg)

61 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
62 を精密に量り、粉末とする。クロラゼパ酸二カリウム  
63 ( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )約15mgに対応する量を精密に量り、  
64 水70mLを加えて15分間振り混ぜた後、水を加えて正確に  
65 100mLとする。この液を遠心分離し、上澄液4mLを正確に  
66 量り、水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に  
67 定量用クロラゼパ酸二カリウムを酸化リン(V)を乾燥剤とし  
68 て60 $^{\circ}$ Cで5時間減圧乾燥し、その約15mgを精密に量り、水  
69 に溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、  
70 水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
71 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試  
72 験を行い、波長252nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

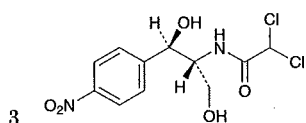
73 クロラゼパ酸二カリウム( $C_{16}H_{10}ClKN_2O_3 \cdot KOH$ )の量(mg)  
74  $=M_S \times A_T/A_S$

75  $M_S$ : 定量用クロラゼパ酸二カリウムの秤取量(mg)

76 貯法 容器 気密容器。

1 クロラムフェニコール

2 Chloramphenicol



4  $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$  : 323.13

5 2,2-Dichloro-N-[(1R,2R)-1,3-dihydroxy-1-

6 (4-nitrophenyl)propan-2-yl]acetamide

7 [56-75-7]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり980～  
9 1020 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クロラムフ  
10 フェニコール( $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ )としての量を質量(力価)で示す。

11 性状 本品は白色～黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく、水  
13 に溶けにくい。

14 確認試験

15 (1) 本品の定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度  
16 測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ  
17 クトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標  
18 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
19 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
20 吸収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭  
22 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
23 品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品のスペ  
24 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のとこ  
25 ろに同様の強度の吸収を認める。

26 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +18.5～+21.5°(1.25g, エタノール  
27 (99.5), 25mL, 100mm).

28 融点 (2.60) 150～155°C

29 純度試験

30 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(25ppm以  
32 下)。

33 (2) ヒ素 (1.11) 本品2.0gをとり、第4法により検液を調  
34 製し、試験を行う(1ppm以下)。

35 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
36 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
37 加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液  
38 (1)10mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLと  
39 し、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマト  
40 グラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液、標準溶液  
41 (1)及び標準溶液(2)20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シ  
42 リカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットす  
43 る。次にクロロホルム/メタノール/酢酸(100)混液(79 :  
44 14 : 7)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾  
45 する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶  
46 液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、  
47 標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。また、試料溶  
48 液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットの

49 合計は、2.0%以下である。

50 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

51 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品及びクロラムフェニコール標準品約0.1g(力価)に  
53 対応する量を精密に量り、それぞれをメタノール20mLに溶  
54 かし、水を加えて正確に100mLとする。この液20mLずつを  
55 正確に量り、それぞれに水を加えて正確に100mLとする。  
56 更に、この液10mLずつを正確に量り、それぞれに水を加え  
57 て正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料  
58 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) に  
59 より波長278nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

60 クロラムフェニコール( $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ )の量[ $\mu$ g(力価)]  
61  $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

62  $M_S$  : クロラムフェニコール標準品の秤取量[mg(力価)]

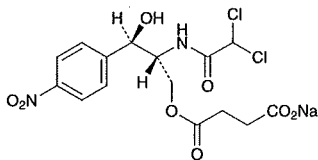
63 貯法 容器 気密容器。

1 クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム

1 クロラムフェニコールコハク酸エステル  
2 ナトリウム

3 Chloramphenicol Sodium Succinate

4 コハク酸クロラムフェニコールナトリウム



5

6  $C_{15}H_{15}Cl_2N_2NaO_8$  : 445.18

7 Monosodium(2*R*,3*R*)-2-(dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-

8 3-(4-nitrophenyl)propan-1-yl succinate

9 [982-57-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり  
11 711 $\mu$ g(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、クロラム  
12 フェニコール( $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$  : 323.13)としての量を質量(力  
13 価)で示す。

14 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
15 本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール  
16 (99.5)に溶けやすい。  
17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→5000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
22 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

27 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。  
28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : +5~+8°(脱水物に換算したもの  
29 1.25g, 水, 25mL, 100mm)。

30 pH(2.54) 本品1.4gを水5mLに溶かした液のpHは6.0~7.0  
31 である。

32 純度試験

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

35 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
36 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
37 下)。

38 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
39 製し、試験を行う(2ppm以下)。

40 水分(2.48) 2.0%以下(1.0g, 容量滴定法, 直接滴定)。

41 定量法 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に  
42 溶かして正確に1000mLとし、試料溶液とする。別にクロラ  
43 ムフェニコールコハク酸エステル標準品約20mg(力価)に対  
44 応する量を精密に量り、水約50mLを加えて懸濁する。液を  
45 かき混ぜながら0.01mol/L水酸化ナトリウム試液約7mLを  
46 徐々に加えてpH7.0とする。この液に水を加えて正確に  
47 1000mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ

48 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により波長276nmにおけ  
49 る吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

50 クロラムフェニコール( $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ )の量[ $\mu$ g(力価)]  
51 =  $M_S \times A_T / A_S \times 1000$

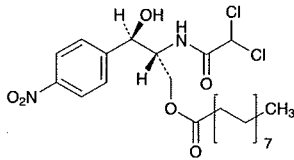
52  $M_S$  : クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品の秤  
53 取量[mg(力価)]

54 貯法 容器 密封容器。

1 クロラムフェニコールパルミチン酸エ  
2 テル

3 Chloramphenicol Palmitate

4 パルミチン酸クロラムフェニコール



5

6  $C_{27}H_{42}Cl_2N_2O_6$  : 561.547 (2*R*,3*R*)-2-(Dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-3-

8 (4-nitrophenyl)propan-1-yl palmitate

9 [530-43-8]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり558～  
11 587 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、クロラムフェ  
12 ニコール( $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$  : 323.13)としての量を質量(力価)  
13 で示す。

14 性状 本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である。

15 本品はアセトンに溶けやすく、メタノール又はエタノール  
16 (99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

## 17 確認試験

18 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→33000)につき、紫外  
19 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェ  
21 ニコールパルミチン酸エステル標準品について同様に操作し  
22 て得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
23 同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。24 (2) 本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル  
25 標準品5mgずつをアセトン1mLに溶かし、試料溶液及び標  
26 準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
27 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
28 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
29 て調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/シクロヘ  
30 キサン混液(1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
31 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射すると  
32 き、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポ  
33 ットの*R*値は等しい。34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : +21～+25°(乾燥物に換算したもの  
35 1g, エタノール(99.5), 20mL, 100mm).

36 融点(2.60) 91～96°C

## 37 純度試験

38 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
40 下)。41 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
42 製し、試験を行う(2ppm以下)。43 (3) 類縁物質 本品50mgをメタノール50mLに溶かし、  
44 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
45 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
46 標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、試料溶液及び標準溶液調  
47 製後、30分以内に次の条件で液体クロマトグラフィー48 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
49 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクロラムフ  
50 ェニコールパルミチン酸エステルのピーク以外のピークの合  
51 計面積は、標準溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エ  
52 ステルのピーク面積の3.5倍より大きくない。ただし、クロ  
53 ラムフェニコールパルミチン酸エステルに対する相対保持時  
54 間約0.5及び約5.0のクロラムフェニコール及びクロラムフェ  
55 ニコールジパルミチン酸エステルのピーク面積はそれぞれ感  
56 度係数0.5及び1.4を乗じて補正する。

## 57 試験条件

58 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

59 カラム：内径6.0mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
60 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
61 リカゲルを充てんする。

62 カラム温度：20°C付近の一定温度

63 移動相：メタノール

64 流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保  
65 持時間が約5分になるように調整する。66 面積測定範囲：クロラムフェニコールパルミチン酸エス  
67 テルの保持時間の約6倍の範囲

## 68 システム適合性

69 検出の確認：本品50mgをメタノール50mLに溶かす。

70 この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確  
71 に100mLとし、システム適合性試験用溶液とする。  
72 システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り、メタ  
73 ノールを加えて正確に50mLとする。この液20 $\mu$ Lか  
74 ら得たクロラムフェニコールパルミチン酸エステルの  
75 ピーク面積が、システム適合性試験用溶液のクロラム  
76 フェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の7  
77 ～13%になることを確認する。78 システムの性能：システム適合性試験用溶液20 $\mu$ Lにつ  
79 き、上記の条件で操作するとき、クロラムフェニコー  
80 ルパルミチン酸エステルのピークの理論段数は5000  
81 段以上である。82 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 $\mu$ Lに  
83 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クロラ  
84 ムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の  
85 相対標準偏差は1.0%以下である。86 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 60°C,  
87 3時間)。88 定量法 本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル  
89 標準品約37mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞ  
90 れをメタノール40mL及び酢酸(100)1mLに溶かし、更にメタ  
91 ノールを加えて正確に50mLとする。この液10mLずつを正  
92 確に量り、それぞれに移動相を加えて正確に25mLとし、試  
93 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lず  
94 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
95 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のクロラムフェニ  
96 コールパルミチン酸エステルのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
97 する。98 クロラムフェニコール( $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ )の量[ $\mu$ g(力価)]  
99  $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$ 100  $M_S$  : クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品

## 2 クロラムフェニコールパルミチン酸エステル

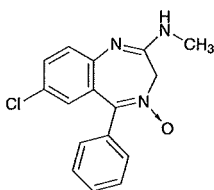
- 101 の秤取量[mg(力価)]
- 102 試験条件
- 103 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)
- 104 カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に
- 105 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ
- 106 ル化シリカゲルを充てんする。
- 107 カラム温度：40℃付近の一定温度
- 108 移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(172：27：1)
- 109 流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保
- 110 持時間が約7分になるように調整する。
- 111 システム適合性
- 112 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で
- 113 操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エ
- 114 ステルのピークの理論段数は2400段以上である。
- 115 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件
- 116 で試験を6回繰り返すとき，クロラムフェニコールパ
- 117 ルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は
- 118 1.0%以下である。
- 119 貯法
- 120 保存条件 遮光して保存する。
- 121 容器 気密容器。



1 クロルジアゼポキシド

1 クロルジアゼポキシド

2 Chlordiazepoxide



3

4  $C_{16}H_{14}ClN_3O$  : 299.75

5 7-Chloro-2-methylamino-5-phenyl-3H-1,4-benzodiazepin-

6 4-oxide

7 [58-25-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クロルジアゼポキシ  
9 ド( $C_{16}H_{14}ClN_3O$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶  
12 けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほと  
13 んど溶けない。

14 本品は希塩酸に溶ける。

15 本品は光によって徐々に変化する。

16 融点：約240°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき、紫  
19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルジアゼ  
21 ポキシド標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
22 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
23 様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
26 本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルジアゼポキシド標  
27 準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一  
28 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
30 色を呈する。

31 純度試験

32 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
34 下)。

35 (2) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
36 て行う。本品0.20gをとり、メタノール/アンモニア試液混  
37 液(97:3)10mLを正確に加えて溶かし、試料溶液とする。  
38 この液1mLを正確に量り、メタノール/アンモニア試液混  
39 液(97:3)を加えて正確に200mLとし、標準溶液(1)とする。  
40 別に薄層クロマトグラフィー用2-アミノ-5-クロロベン  
41 ズフェノン10mgをとり、メタノールに溶かし、正確に  
42 200mLとし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層  
43 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
44 25 $\mu$ L並びに標準溶液(1)及び標準溶液(2)5 $\mu$ Lずつを薄層クロ  
45 マトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した  
46 薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール(99.5)

47 混液(19:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を  
48 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
49 料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液(1)か  
50 ら得たスポットより濃くない。また、この薄層板に亜硝酸ナ  
51 トリウムの1mol/L塩酸試液溶液(1→100)を均等に噴霧し、1  
52 分間放置後、*N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジ  
53 アミンシユウ酸塩・アセトン試液を均等に噴霧するとき、試  
54 料溶液から得たスポットは、標準溶液(2)から得たスポット  
55 より濃くない。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
57 4時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸  
60 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
61 (指示薬:クリスタルバイオレット試液3滴)。ただし、滴定  
62 の終点は上澄液の紫色が青紫色を経て青色に変わるときとす  
63 る。同様の方法で空試験を行い、補正する。

64 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.98mg  $C_{16}H_{14}ClN_3O$

65 貯法

66 保存条件 遮光して保存する。

67 容器 気密容器。

# 1 クロルジアゼポキシド散

## 1 クロルジアゼポキシド散

2 Chlordiazepoxide Powder

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 クロルジアゼポキシド( $C_{16}H_{14}ClN_3O$ ; 299.75)を含む。

5 製法 本品は「クロルジアゼポキシド」をとり、顆粒剤又は散  
6 剤の製法により製する。

### 7 確認試験

8 (1) 本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01g  
9 に対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて振  
10 り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLに0.1mol/L塩酸試液を加  
11 えて100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
12 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長244~  
13 248nm及び306~310nmに吸収の極大を示し、288~292nm  
14 に吸収の極小を示す。

15 (2) 本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.02g  
16 に対応する量を取り、メタノール10mLを加え、5分間振り  
17 混ぜた後、ガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し、ろ液に窒素を送  
18 風しながら蒸発乾固する。残留物を60°Cで1時間減圧乾燥し、  
19 赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法に  
20 より測定するとき、波数1625 $cm^{-1}$ 、1465 $cm^{-1}$ 、1265 $cm^{-1}$ 、  
21 850 $cm^{-1}$ 及び765 $cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

22 純度試験 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用  
23 いて行う。本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」  
24 50mgに対応する量を取り、メタノール/アンモニア試液混  
25 液(97:3)5mLを正確に加えて振り混ぜた後、遠心分離し、  
26 上澄液を試料溶液とする。別にクロルジアゼポキシド標準品  
27 50mgをとり、メタノール/アンモニア試液混液(97:3)に溶  
28 かし、正確に50mLとし、標準溶液(1)とする。更に薄層クロ  
29 マトグラフィー用2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン  
30 5.0mgをとり、メタノールに溶かし、正確に200mLとし、  
31 標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ  
32 フィー(2.03)により試験を行う。試料溶液25 $\mu$ L並びに標準  
33 溶液(1)及び標準溶液(2)10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
34 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
35 トする。以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験(2)を準  
36 用する。

37 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
38 品のクロルジアゼポキシド( $C_{16}H_{14}ClN_3O$ )約0.1gに対応する  
39 量を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水10mLを正確に加  
40 え、本品をよく潤した後、メタノール90mLを正確に加え、  
41 密栓して15分間激しく振り混ぜ、遠心分離する。上澄液  
42 10mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、更にメ  
43 タノールを加えて100mLとし、試料溶液とする。別にクロ  
44 ルジアゼポキシド標準品をデシケーター(減圧、酸化リン(V)、  
45 60°C)で4時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、水10mL及  
46 びメタノール90mLを正確に加えて溶かす。この液10mLを  
47 正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、更にメタノー  
48 ルを加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
49 準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
50 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
51 るクロルジアゼポキシドのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め  
52 る。

53 クロルジアゼポキシド( $C_{16}H_{14}ClN_3O$ )の量(mg)

$$54 = M_S \times Q_T / Q_S$$

55  $M_S$ : クロルジアゼポキシド標準品の秤取量(mg)

56 内標準溶液 サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→  
57 20)

58 試験条件

59 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

60 カラム: 内径4mm、長さ25cmのステンレス管に10 $\mu$ m  
61 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
62 リカゲルを充てんする。

63 カラム温度: 25°C付近の一定温度

64 移動相: メタノール/0.02mol/Lリン酸二水素アンモニ  
65 ウム試液混液(7:3)

66 流量: クロルジアゼポキシドの保持時間が約5分になる  
67 ように調整する。

68 システム適合性

69 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
70 操作するとき、クロルジアゼポキシド、内標準物質の  
71 順に溶出し、その分離度は9以上である。

72 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
74 に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相  
75 対標準偏差は1.0%以下である。

### 76 貯法

77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 気密容器。

## 1 クロルジアゼポキシド錠

## 2 Chlordiazepoxide Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 クロルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O: 299.75)を含む。

5 製法 本品は「クロルジアゼポキシド」をとり、錠剤の製法に  
6 より製する。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「クロルジアゼポキシ  
9 ド」0.01gに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液100mLを  
10 加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLに0.1mol/L塩酸  
11 試液を加えて100mLとする。この液につき、紫外可視吸光  
12 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波  
13 長244～248nm及び306～310nmに吸収の極大を示し、288  
14 ～292nmに吸収の極小を示す。

15 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「クロルジアゼポキシ  
16 ド」0.01gに対応する量を取り、ジエチルエーテル10mLを  
17 加えて激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液5mLをと  
18 り、水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する。残留物  
19 につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム  
20 錠剤法により測定するとき、波数1625cm<sup>-1</sup>、1465cm<sup>-1</sup>、  
21 1265cm<sup>-1</sup>、850cm<sup>-1</sup>及び765cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

22 純度試験 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用  
23 いて行う。本品を粉末とし、表示量に従い「クロルジアゼポ  
24 キシド」50mgに対応する量を取り、メタノール/アンモニ  
25 ア試液混液(97: 3)5mLを正確に加えて振り混ぜた後、遠心  
26 分離し、上澄液を試料溶液とする。別にクロルジアゼポキシ  
27 ド標準品50mgをとり、メタノール/アンモニア試液混液  
28 (97: 3)に溶かし、正確に50mLとし、標準溶液(1)とする。  
29 更に薄層クロマトグラフィー用2-アミノ-5-クロルベン  
30 ゴフェノン5.0mgをとり、メタノールに溶かし、正確に  
31 200mLとし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層  
32 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
33 25μL並びに標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層ク  
34 ロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製し  
35 た薄層板にスポットする。以下「クロルジアゼポキシド」の  
36 純度試験(2)を準用する。

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

39 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、  
40 水1mLを加えてよく振り混ぜて崩壊させた後、メタノール  
41 20mLを加えてよく振り混ぜる。この液にメタノールを加  
42 えて正確に25mLとし、孔径0.5μm以下のメンブランフィル  
43 ターでろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液のクロ  
44 ルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)約2mgに対応する容量V mL  
45 を正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加えた後、メタ  
46 ノールを加えて20mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準  
47 用する。

48 クロルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)の量(mg)

$$49 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / V$$

50 M<sub>S</sub>: クロルジアゼポキシド標準品の秤取量(mg)

51 内標準溶液 サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→

52 20)

53 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
54 ル法により毎分100回転で試験を行うとき、本品の60分間の  
55 溶出率は70%以上である。

56 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
57 30mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルタ  
58 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
59 確に量り、表示量に従い1mL中にクロルジアゼポキシド  
60 (C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)約3.7μgを含む液となるように試験液を加  
61 えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用クロ  
62 ルジアゼポキシドをデシケーター(減圧、酸化リン(V)、60°C)  
63 で4時間乾燥し、その約12mgを精密に量り、試験液に溶か  
64 し、正確に200mLとする。この液3mLを正確に量り、試験  
65 液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
66 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試  
67 験を行い、波長260nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

68 クロルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)の表示量に対する溶出  
69 率(%)

$$70 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27$$

71 M<sub>S</sub>: 定量用クロルジアゼポキシドの秤取量(mg)

72 C: 1錠中のクロルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)の表示量  
73 (mg)

74 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
75 品のクロルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)約0.1gに対応する  
76 個数を取り、水10mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させる。  
77 次にメタノール60mLを加えて更によく振り混ぜた後、メ  
78 タノールを加えて正確に100mLとし、遠心分離する。この上  
79 澄液10mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、メ  
80 タノールを加えて100mLとし、試料溶液とする。別にクロ  
81 ルジアゼポキシド標準品をデシケーター(減圧、酸化リン(V)、  
82 60°C)で4時間乾燥し、その約10mgを精密に量り、水1mL及  
83 びメタノールを加えて溶かし、内標準溶液5mLを正確に加  
84 え、更にメタノールを加えて100mLとし、標準溶液とする。  
85 試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロ  
86 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
87 ク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比Q<sub>T</sub>  
88 及びQ<sub>S</sub>を求める。

89 クロルジアゼポキシド(C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>ClN<sub>3</sub>O)の量(mg)

$$90 = M_S \times Q_T / Q_S \times 10$$

91 M<sub>S</sub>: クロルジアゼポキシド標準品の秤取量(mg)

92 内標準溶液 サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→  
93 20)

## 94 試験条件

95 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

96 カラム: 内径4mm、長さ25cmのステンレス管に10μm  
97 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
98 リカゲルを充てんする。

99 カラム温度: 25°C付近の一定温度

100 移動相: メタノール/0.02mol/Lリン酸二水素アンモニ  
101 ウム試液混液(7: 3)

102 流量: クロルジアゼポキシドの保持時間が約5分になる

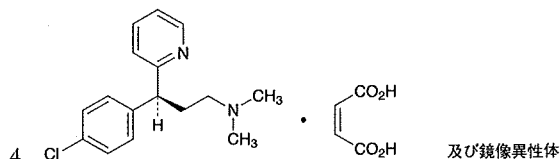
## 2 クロルジアゼポキシド錠

- 103 ように調整する。
- 104 システム適合性
- 105 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 106 操作するとき、クロルジアゼポキシド、内標準物質の
- 107 順に溶出し、その分離度は9以上である。
- 108 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 109 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 110 に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相
- 111 対標準偏差は1.0%以下である。
- 112 貯法 容器 気密容器。

1 クロルフェニラミンマレイン酸塩

1 クロルフェニラミンマレイン酸塩

- 2 Chlorpheniramine Maleate
- 3 マレイン酸クロルフェニラミン



- 5  $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$  : 390.86
- 6 (3*RS*)-3-(4-Chlorophenyl)-*N,N*-dimethyl-3-pyridin-
- 7 -2-ylpropylamine monomaleate
- 8 [113-92-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、*d*-クロルフェニラ  
10 ミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )98.0~101.0%を  
11 含む。

12 性状 本品は白色の微細な結晶である。  
13 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、水又はメタノール  
14 に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けやすい。  
15 本品は希塩酸に溶ける。  
16 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→10000)につき、紫  
19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルフェニ  
21 ラミンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られた  
22 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長の  
23 ところに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 ペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参  
26 照スペクトル又は乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩  
27 標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
28 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とす  
30 る。別にマレイン酸56mgをメタノール10mLに溶かし、標  
31 準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
32 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
33 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
34 層板にスポットする。次にジエチルエーテル/メタノール/  
35 酢酸(100)/水混液(70 : 20 : 7 : 3)を展開溶媒として約12cm  
36 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
37 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た2個のスポット  
38 のうち、1個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様  
39 の濃さであり、それらの $R_f$ 値は等しい。

40 pH (2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに  
41 溶かした液のpHは4.0~5.5である。

42 融点 (2.60) 130~135°C

43 純度試験

- 44 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
45 明である。
- 46 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
47 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

48 下)。

49 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相100mLに溶かし、試料  
50 溶液とする。この液3mLを正確に量り、移動相を加えて正  
51 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加  
52 えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
53 溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
54 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
55 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレ  
56 イン酸及びクロルフェニラミン以外のピーク面積は、標準  
57 溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の2/3より大きく  
58 ない。また、試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン  
59 以外のピークの合計面積は、標準溶液のクロルフェニラミン  
60 のピーク面積より大きくない。

61 試験条件

62 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)  
63 カラム：内径3.9mm、長さ30cmのステンレス管に  
64 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
65 ル化シリカゲルを充てんする。  
66 カラム温度：25°C付近の一定温度  
67 移動相：リン酸二水素アンモニウム8.57g及びリン酸  
68 1mLを水に溶かして1000mLとする。この液800mL  
69 にアセトニトリル200mLを加える。  
70 流量：クロルフェニラミンの保持時間が約11分になる  
71 ように調整する。

72 面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルフェニラミ  
73 ンの保持時間の約4倍の範囲

74 システム適合性

75 検出の確認：標準溶液2.5mLを正確に量り、移動相を加  
76 えて正確に25mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たクロ  
77 ルフェニラミンのピーク面積が、標準溶液のクロルフェ  
78 ニラミンのピーク面積の7~13%になることを確認  
79 する。

80 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段  
82 数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、  
83 2.0以下である。

84 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
85 で試験を6回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピー  
86 ク面積の相対標準偏差は4.0%以下である。

87 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

88 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

89 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
90 (100)20mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
91 (指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定  
92 の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。  
93 同様の方法で空試験を行い、補正する。

94 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.54mg  $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

95 貯法

- 96 保存条件 遮光して保存する。
- 97 容器 気密容器。

1 クロルフェニラミンマレイン酸塩散

1 クロルフェニラミンマレイン酸塩散

2 Chlorpheniramine Maleate Powder

3 マレイン酸クロルフェニラミン散

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 *d*-クロルフェニラミンマレイン酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>·  
6 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>: 390.86)を含む。

7 製法 本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり、顆  
8 粒剤又は散剤の製法により製する。

9 確認試験 本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン  
10 酸塩」50mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液40mL  
11 を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を分液漏斗に移し、ヘキ  
12 サン40mLで洗う。次に水酸化ナトリウム試液10mLを加え、  
13 ヘキサン20mLで抽出する。ヘキサン層に水5mLを加え、水  
14 洗いする。必要ならば遠心分離し、ヘキサン抽出液に無水硫  
15 酸ナトリウム0.5gを加えて数分間振り混ぜ、ろ過する。ろ液  
16 を約50℃の水浴中で減圧留去して得た残留物につき、赤外  
17 吸収スペクトル測定法(2.25)の液膜法により測定するとき、  
18 波数2940cm<sup>-1</sup>, 2810cm<sup>-1</sup>, 2770cm<sup>-1</sup>, 1589cm<sup>-1</sup>, 1491cm<sup>-1</sup>,  
19 1470cm<sup>-1</sup>, 1434cm<sup>-1</sup>, 1091cm<sup>-1</sup>及び1015cm<sup>-1</sup>付近に吸収を  
20 認める。

21 定量法 本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩  
22 (C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約4mgに対応する量を精密に量り、  
23 内標準溶液70mLを加え、15分間振り混ぜる。更に内標準溶  
24 液を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別にクロ  
25 ルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し、  
26 その約20mgを精密に量り、内標準溶液を加えて正確に  
27 100mLとする。この液20mLを正確に量り、内標準溶液を加  
28 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
29 準溶液30μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
30 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
31 るクロルフェニラミンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

32 クロルフェニラミンマレイン酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の  
33 量(mg)

$$34 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

35  $M_S$ : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量  
36 (mg)

37 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液  
38 (1→1000)7mLに水を加えて1000mLとする。

39 試験条件

40 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 265nm)

41 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
42 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
43 リカゲルを充てんする。

44 カラム温度: 40℃付近の一定温度

45 移動相: 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水  
46 900mLに溶かし、酢酸(100)10mLを加え、更に水を  
47 加えて1000mLとする。この液650mLにアセトニト  
48 リル350mLを加える。

49 流量: クロルフェニラミンの保持時間が約8分になるよ  
50 うに調整する。

51 システム適合性

52 システムの性能: 標準溶液30μLにつき、上記の条件で  
53 操作するとき、内標準物質、クロルフェニラミンの順  
54 に溶出し、その分離度は2.0以上である。

55 システムの再現性: 標準溶液30μLにつき、上記の条件  
56 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
57 に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対  
58 標準偏差は1.0%以下である。

59 貯法 容器 気密容器。

## 1 クロルフェニラミンマレイン酸塩錠

2 Chlorpheniramine Maleate Tablets

3 マレイン酸クロルフェニラミン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5  $d$ -クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot$   
6  $C_4H_4O_4$ : 390.86)を含む。

7 製法 本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり、錠  
8 剤の製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「クロルフェニラミ  
10 ンマレイン酸塩」50mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸  
11 試液40mLを加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を分液漏斗に  
12 移し、ヘキサン40mLで洗う。次に水酸化ナトリウム試液  
13 10mLを加え、ヘキサン20mLで抽出する。ヘキサン層に水  
14 5mLを加え、水洗いする。必要ならば遠心分離し、ヘキサ  
15 ン抽出液に無水硫酸ナトリウム0.5gを加えて数分間振り混ぜ、  
16 ろ過する。ろ液を約50℃の水浴中で減圧留去して得た残留  
17 物につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の液膜法によ  
18 り測定するとき、波数2940 $cm^{-1}$ 、2810 $cm^{-1}$ 、2770 $cm^{-1}$ 、  
19 1589 $cm^{-1}$ 、1491 $cm^{-1}$ 、1470 $cm^{-1}$ 、1434 $cm^{-1}$ 、1091 $cm^{-1}$ 及び  
20 1015 $cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

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

23 本品1個をとり、水10mLを加え、よく振り混ぜて崩壊さ  
24 せる。1mL中にクロルフェニラミンマレイン酸塩  
25 ( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )約80 $\mu$ gを含む液となるように水を加  
26 えて正確に $V$  mLとし、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィル  
27 ターでろ過する。ろ液5mLを正確に量り、内標準溶液  
28 2.5mLを正確に加え、水を加えて10mLとし、試料溶液とす  
29 る。別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で  
30 3時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、水を加えて正確  
31 に100mLとする。この液20mLを正確に量り、内標準溶液  
32 25mLを正確に加え、水を加えて100mLとし、標準溶液とす  
33 る。試料溶液及び標準溶液30 $\mu$ Lにつき、定量法の条件で液  
34 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物  
35 質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の  
36 比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

37 クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の  
38 量(mg)

$$39 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$$

40  $M_S$ : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量  
41 (mg)

42 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液  
43 (1→250)7mLに水を加えて1000mLとする。

44 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
45 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
46 75%以上である。

47 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
48 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
49 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V$  mLを  
50 正確に量り、表示量に従い1mL中にクロルフェニラミンマ  
51 レイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )約4.4 $\mu$ gを含む液となるよ

52 うに水を加えて正確に $V'$  mLとし、試料溶液とする。別に  
53 クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾  
54 燥し、その約22mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
55 100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確  
56 に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
57 50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
58 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のクロルフェニ  
59 ラミンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

60 クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の  
61 表示量に対する溶出率(%)

$$62 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

63  $M_S$ : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量  
64 (mg)

65  $C$ : 1錠中のクロルフェニラミンマレイン酸塩  
66 ( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量(mg)

67 試験条件

68 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 265 nm)

69 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
70 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
71 リカゲルを充てんする。

72 カラム温度: 40℃付近の一定温度

73 移動相: 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水  
74 900mLに溶かし、酢酸(100)10mLを加えた後、水を加  
75 えて1000mLとする。この液650mLにアセトニト  
76 リル350mLを加える。

77 流量: クロルフェニラミンの保持時間が約8分になるよ  
78 うに調整する。

79 システム適合性

80 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段  
82 数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、  
83 2.5以下である。

84 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
85 で試験を6回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピー  
86 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

87 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
88 とする。クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot$   
89  $C_4H_4O_4$ )約4mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液  
90 70mLを加え、15分間振り混ぜる。更に内標準溶液を加えて  
91 正確に100mLとし、この液を孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブラン  
92 フィルターでろ過し、試料溶液とする。別にクロルフェニラ  
93 ミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し、その約  
94 20mgを精密に量り、内標準溶液を加えて正確に100mLとす  
95 る。この液20mLを正確に量り、内標準溶液を加えて正確に  
96 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液30 $\mu$ L  
97 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
98 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニ  
99 ラミンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

100 クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の  
101 量(mg)

$$102 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

## 2 クロロフェニラミンマレイン酸塩錠

- 103  $M_s$  : クロロフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量  
104 (mg)
- 105 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液  
106 (1→1000)7mLに水を加えて1000mLとする。
- 107 試験条件
- 108 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 265nm)
- 109 カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
110 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
111 リカゲルを充てんする。
- 112 カラム温度 : 40℃付近の一定温度
- 113 移動相 : 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水  
114 900mLに溶かし, 酢酸(100)10mLを加え, 更に水を  
115 加えて1000mLとする。この液650mLにアセトニト  
116 リル350mLを加える。
- 117 流量 : クロロフェニラミンの保持時間が約8分になるよ  
118 うに調整する。
- 119 システム適合性
- 120 システムの性能 : 標準溶液30 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で  
121 操作するとき, 内標準物質, クロロフェニラミンの順  
122 に溶出し, その分離度は2.0以上である。
- 123 システムの再現性 : 標準溶液30 $\mu$ Lにつき, 上記の条件  
124 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積  
125 に対するクロロフェニラミンのピーク面積の比の相対  
126 標準偏差は1.0%以下である。
- 127 貯法 容器 気密容器。



1 クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液

1 クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液

2 Chlorpheniramine Maleate Injection

3 マレイン酸クロルフェニラミン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

6 *d*l-クロルフェニラミンマレイン酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>・

7 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>：390.86)を含む。

8 製法 本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり、注

9 射剤の製法により製する。

10 性状 本品は無色澄明の液である。

11 pH：4.5～7.0

12 確認試験 本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン

13 酸塩」25mgに対応する容量をとり、希水酸化ナトリウム試

14 液5mLを加え、ヘキサン20mLで抽出する。ヘキサン層は水

15 10mLを加えて洗い、無水硫酸ナトリウム0.5gを加えて数分

16 間振り混ぜ、ろ過する。ろ液を50℃の水浴中で減圧留去し

17 て得た残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の

18 液膜法により測定するとき、波数2940cm<sup>-1</sup>、2810cm<sup>-1</sup>、

19 2770cm<sup>-1</sup>、1589cm<sup>-1</sup>、1491cm<sup>-1</sup>、1470cm<sup>-1</sup>、1434cm<sup>-1</sup>、

20 1091cm<sup>-1</sup>及び1015cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

21 エンドトキシン(4.01) 8.8EU/mg未満。

22 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

23 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

24 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

25 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

26 適合する。

27 定量法 本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩

28 (C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約3mgに対応する容量を正確に量り、

29 100mLの分液漏斗に入れ、水20mL及び水酸化ナトリウム試

30 液2mLを加えた後、ジエチルエーテル50mLずつで2回抽出

31 する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水20mLで洗い、

32 次に0.25mol/L硫酸試液20mL、20mL及び5mLで抽出する。

33 全抽出液を合わせ、0.25mol/L硫酸試液を加えて正確に

34 50mLとする。この液10mLを正確に量り、0.25mol/L硫酸試

35 液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にクロル

36 フェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し、

37 その約30mgを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとす

38 る。この液20mLを正確に量り、100mLの分液漏斗に入れ、

39 水酸化ナトリウム試液2mLを加えた後、ジエチルエーテル

40 50mLずつで2回抽出する。以下試料溶液の調製と同様に操

41 作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外

42 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長265nm付

43 近の吸収極大の波長における吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

44 クロルフェニラミンマレイン酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の

45 量(mg)

46  $=M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

47 M<sub>S</sub>：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量

48 (mg)

49 貯法

50 保存条件 遮光して保存する。

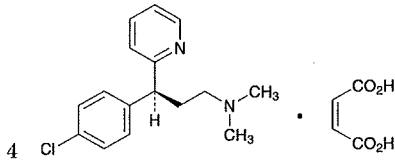
51 容器 密封容器。

1 d-クロルフェニラミンマレイン酸塩

1 d-クロルフェニラミンマレイン酸塩

2 d-Chlorpheniramine Maleate

3 d-マレイン酸クロルフェニラミン



5 C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> : 390.86

6 (3*S*)-3-(4-Chlorophenyl)-*N,N*-dimethyl-3-pyridin-

7 -2-ylpropylamine monomaleate

8 [2438-32-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、d-クロルフェニラ  
10 ミンマレイン酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)99.0~101.0%を  
11 含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、  
14 *N,N*-ジメチルホルムアミド又はエタノール(99.5)に溶けや  
15 すい。

16 本品は希塩酸に溶ける。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→10000)につき、紫  
19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
21 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
22 認める。

23 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
24 ペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参  
25 照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
26 のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とす  
28 る。別にマレイン酸56mgをメタノール10mLに溶かし、標  
29 準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
30 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
31 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
32 層板にスポットする。次にジエチルエーテル/メタノール/  
33 酢酸(100)/水混液(70 : 20 : 7 : 3)を展開溶媒として約12cm  
34 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
35 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た2個のスポット  
36 のうち、1個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様  
37 の濃さであり、そのR<sub>f</sub>値は約0.4である。

38 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +39.5~+43.0°(乾燥後, 0.5g, *N,N*-  
39 -ジメチルホルムアミド, 10mL, 100mm)。

40 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに  
41 溶かした液のpHは4.0~5.0である。

42 融点(2.60) 111~115°C

43 純度試験

44 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
45 明である。

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

48 下)。

49 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相100mLに溶かし、試料  
50 溶液とする。この液3mLを正確に量り、移動相を加えて正  
51 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加  
52 えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
53 溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
54 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピ  
55 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマ  
56 レイン酸及びd-クロルフェニラミン以外のピーク的面積は、  
57 標準溶液のd-クロルフェニラミンのピーク面積の2/3より  
58 大きくない。また、これらのピークの合計面積は、標準溶液  
59 のd-クロルフェニラミンのピーク面積より大きくない。

60 試験条件

61 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 225nm)

62 カラム : 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
63 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
64 ル化シリカゲルを充てんする。

65 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

66 移動相 : リン酸二水素アンモニウム8.57g及びリン酸  
67 1mLを水に溶かして1000mLとする。この液800mL  
68 にアセトニトリル200mLを加える。

69 流量 : d-クロルフェニラミンの保持時間が約11分にな  
70 るように調整する。

71 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からd-クロルフェニ  
72 ラミンの保持時間の約4倍の範囲

73 システム適合性

74 検出の確認 : 標準溶液2.5mLを正確に量り、移動相を加  
75 えて正確に25mLとする。この液20μLから得たd-ク  
76 ロルフェニラミンのピーク面積が、標準溶液のd-ク  
77 ロルフェニラミンのピーク面積の7~13%になること  
78 を確認する。

79 システムの性能 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
80 操作するとき、d-クロルフェニラミンのピークの理  
81 論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以  
82 上、2.0以下である。

83 システムの再現性 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
84 で試験を6回繰り返すとき、d-クロルフェニラミン  
85 のピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である。

86 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 65°C, 4時間)。

87 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

88 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
89 (100)20mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
90 (指示薬 : クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定  
91 の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。  
92 同様の方法で空試験を行い、補正する。

93 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.54mg C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>

94 貯法

95 保存条件 遮光して保存する。

96 容器 気密容器。

1 クロルフェニラミン・カルシウム散

1 クロルフェニラミン・カルシウム散

2 Chlorpheniramine and Calcium Powder

3 本品は定量するとき、クロルフェニラミンマレイン酸塩  
4 ( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ : 390.86)0.27~0.33%を含む。

5 製法

クロルフェニラミンマレイン酸塩	3g
リン酸水素カルシウム水和物	800g
デンプン、乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

6 以上をとり、散剤の製法により製する。

7 性状 本品は白色である。

8 確認試験

9 (1) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
10 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長263~  
11 267nmに吸収の極大を示す(クロルフェニラミンマレイン酸  
12 塩)。

13 (2) 本品0.5gに希塩酸10mLを加え、よく振り混ぜた後、  
14 ろ過した液はカルシウム塩の定性反応(3) (1.09)を呈する。

15 (3) 本品0.5gに希硝酸10mLを加え、よく振り混ぜた後、  
16 ろ過した液はリン酸塩の定性反応(2) (1.09)を呈する。

17 (4) 本品1gにメタノール5mLを加えて振り混ぜた後、ろ  
18 過し、ろ液を試料溶液とする。別にクロルフェニラミンマレ  
19 イン酸塩標準品0.01gをメタノール17mLに溶かし、標準溶  
20 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
21 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつ  
22 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
23 て調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタ  
24 ノール/アセトン/アンモニア水(28)混液(73:15:10:2)  
25 を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
26 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液及び  
27 標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。また、この薄  
28 層板に噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、  
29 標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶  
30 液から得たスポットは、だいたい色を呈する。

31 定量法 本品約0.5gを精密に量り、30mLの共栓遠心沈殿管に  
32 入れ、0.05mol/L硫酸20mLを加えて5分間振り混ぜ、遠心分  
33 離し、上澄液を分取する。更にこの操作を2回行い、全抽出  
34 液を合わせ、200mLの分液漏斗にとり、ジエチルエーテル  
35 30mLを加えて振り混ぜた後、5分間放置する。水層を分取  
36 し、乾燥ろ紙を用いて別の分液漏斗にろ過する。ジエチルエ  
37 ーテル層は0.05mol/L硫酸10mLずつで2回抽出し、抽出液を  
38 ろ過し、先の分液漏斗の水層に合わせる。ろ紙は0.05mol/L  
39 硫酸5mLで洗い、洗液は先の分液漏斗の水層に合わせる。  
40 この液にアンモニア試液10mLを加え、ジエチルエーテル  
41 50mLずつで2回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わ  
42 せ、水20mLで洗い、次に0.25mol/L硫酸20mLずつで2回及  
43 び5mLで1回抽出する。全抽出液を合わせ、0.25mol/L硫酸  
44 を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にクロルフ  
45 ェニラミンマレイン酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し、そ  
46 の約75mgを精密に量り、0.05mol/L硫酸10mLに溶かし、更  
47 に0.05mol/L硫酸を加えて正確に100mLとする。この液2mL  
48 を200mLの分液漏斗にとり、0.05mol/L硫酸58mLを加え、

49 更にジエチルエーテル30mLを加えて振り混ぜ、以下試料溶  
50 液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標  
51 準溶液につき、0.25mol/L硫酸を対照とし、紫外可視吸光度  
52 測定法(2.24)により試験を行い、波長265nmにおける吸光度  
53 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

54 クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の  
55 量(mg)

$$56 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 50$$

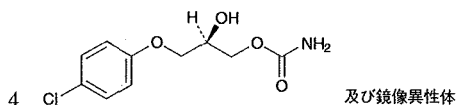
57 M<sub>S</sub>: クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量  
58 (mg)

59 貯法 容器 密閉容器。

## 1 クロルフェネシンカルバミン酸エステル

2 Chlorphenesin Carbamate

3 カルバミン酸クロルフェネシン

5  $C_{10}H_{12}ClNO_4$  : 245.666 (2*RS*)-3-(4-Chlorophenoxy)-2-hydroxypropyl carbamate

7 [886-74-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クロルフェネシンカル  
9 ルバミン酸エステル( $C_{10}H_{12}ClNO_4$ )98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール、エタノール(95)又はピリジンに溶けや  
12 すく、水に溶けにくい。

13 本品のエタノール(95)溶液(1→20)は旋光性を示さない。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(95)溶液(3→20000)につき、紫外  
16 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
19 認める。

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

24 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
25 色を呈する。

26 融点(2.60) 88~91°C

## 27 純度試験

28 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをエタノール(95)20mLに溶  
29 かし、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液  
30 とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにエタノール  
31 (95)20mL、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm  
32 以下)。

33 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
34 製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (3) クロルフェネシン-2-カルバメート 本品0.10gを  
36 液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液  
37 (7:3)20mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液10 $\mu$ Lにつ  
38 き、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
39 を行う。クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面  
40 積 $A_a$ 及びクロルフェネシン-2-カルバメートのピーク面積  
41  $A_b$ を自動積分法により測定するとき、 $A_b/(A_a + A_b)$ は0.007  
42 以下である。

## 43 試験条件

44 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

45 カラム：内径4mm、長さ30cmのステンレス管に5 $\mu$ mの

46 液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。

47 カラム温度：40°C付近の一定温度

48 移動相：液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロ

49 パノール/酢酸(100)混液(700:300:1)

50 流量：クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時  
51 間が約9分になるように調整する。

52 システム適合性

53 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、液体クロマ  
54 トグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液(7:  
55 3)を加えて正確に100mLとし、システム適合性試験  
56 用溶液とする。システム適合性試験用溶液5mLを正  
57 確に量り、液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-  
58 プロパノール混液(7:3)を加えて正確に10mLとする。  
59 この液10 $\mu$ Lから得たクロルフェネシンカルバミン酸  
60 エステルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液  
61 のクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面  
62 積の40~60%になることを確認する。

63 システムの性能：本品0.1gをメタノール50mLに溶かし、  
64 この液25mLに希酸化ナトリウム試液25mLを加え、  
65 60°Cで20分間加熱する。この液20mLに1mol/L塩酸  
66 試液5mLを加え、酢酸エチル20mLを加えてよく振り  
67 混ぜ、静置して、上層を分取する。この液10 $\mu$ Lにつ  
68 き、上記の条件で操作するとき、クロルフェネシン、  
69 クロルフェネシンカルバミン酸エステル、クロルフェ  
70 ネシン-2-カルバメートの順に溶出し、クロルフェ  
71 ネシンカルバミン酸エステルに対するクロルフェネシ  
72 ン及びクロルフェネシン-2-カルバメートの相対保  
73 持時間は、約0.7及び約1.2であり、クロルフェネシ  
74 とクロルフェネシンカルバミン酸エステルの分離度は  
75 2.0以上である。

76 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 $\mu$ Lに  
77 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クロル  
78 フェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の相対  
79 標準偏差は2.0%以下である。

80 (4) 類縁物質 本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
81 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
82 を加えて正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、エ  
83 タノール(95)を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。  
84 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
85 試験を行う。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを薄層クロマ  
86 トグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポッ  
87 トする。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)混  
88 液(17:2:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板  
89 を風乾する。これをヨウ素蒸気中に20分間放置するとき、  
90 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは1個以下で、  
91 標準溶液から得たスポットより濃くない。

92 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

93 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

94 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、ピリジン  
95 20mLに溶かし、0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール試液  
96 50mLを正確に加え、70°Cで40分間加熱する。冷後、エタ  
97 ノール(95)100mLを加え、過量の水酸化カリウムを0.1mol/L  
98 塩酸で滴定(2.50)する(指示薬：チモールブルー試液1mL)。  
99 ただし、滴定の終点は液の青色が青緑色を経て黄色に変わ  
100 るときとする。同様の方法で空試験を行う。

101 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール試液1mL

2 クロルフェネシンカルバミン酸エステル

102 =24.57mg  $C_{10}H_{12}ClNO_4$

103 貯法 容器 気密容器.

## 1 クロルフェネシンカルバミン酸エステル錠

3 Chlorphenesin Carbamate Tablets

4 カルバミン酸クロルフェネシン錠

5 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
6 クロルフェネシンカルバミン酸エステル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub> :  
7 245.66)を含む。

8 製法 本品は「クロルフェネシンカルバミン酸エステル」をと  
9 り、錠剤の製法により製する。

10 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「クロルフェネシン  
11 カルバミン酸エステル」0.15gに対応する量を取り、エタノール(95)60mLを加えて超音波処理した後、エタノール(95)  
12 を加えて100mLとする。この液20mLを遠心分離する。上澄  
13 液1mLにエタノール(95)を加えて100mLとする。この液に  
14 つき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル  
15 を測定するとき、波長226～230nm, 279～283nm及び286  
16 ～290nmに吸収の極大を示す。

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

19 本品1個を取り、水10mLを加えて崩壊させ、水/メタノール混液(1:1)70mLを加えて、ときどき振り混ぜながら15  
20 分間超音波処理した後、水/メタノール混液(1:1)を加えて  
21 正確に100mLとする。この液を遠心分離した後、クロルフェネシンカルバミン酸エステル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)約2.5mgに対  
22 応する上澄液V mLを正確に量り、水/メタノール混液(1:  
23 1)を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
24 カルバミン酸クロルフェネシンをデシケーター(減圧、シリカゲル)で4時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、水/メ  
25 タノール混液(1:1)に溶かし、正確に50mLとする。この液  
26 2mLを正確に量り、水/メタノール混液(1:1)を加えて正確  
27 に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
28 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
29 280nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を求め、  
30  
31  
32  
33

34 クロルフェネシンカルバミン酸エステル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量  
35 (mg)

$$36 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / V \times 5$$

37 M<sub>S</sub>: 定量用カルバミン酸クロルフェネシンの秤取量(mg)

38 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
39 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
40 85%以上である。

41 本品1個を取り、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
42 20mL以上を取り、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
43 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
44 正確に量り、表示量に従い1mL中にクロルフェネシンカル  
45 バミン酸エステル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)約0.14mgを含む液となるよ  
46 うに水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に  
47 定量用カルバミン酸クロルフェネシンをデシケーター(減圧、  
48 シリカゲル)で4時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、メ  
49 タノール1mLに溶かした後、水を加えて正確に50mLとする。  
50 この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標  
51 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光

52 度測定法(2.24)により試験を行い、波長278nmにおける吸  
53 光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

54 クロルフェネシンカルバミン酸エステル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)の表  
55 示量に対する溶出率(%)

$$56 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450$$

57 M<sub>S</sub>: 定量用カルバミン酸クロルフェネシンの秤取量(mg)

58 C: 1錠中のクロルフェネシンカルバミン酸エステル  
59 (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)の表示量(mg)

60 定量法 本品20個以上を取り、その質量を精密に量り、め  
61 のう乳鉢で粉末とする。クロルフェネシンカルバミン酸エステ  
62 ル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)約0.25gに対応する量を精密に量り、酢酸  
63 エチル30mLを加え、超音波処理し、分散させた後、更に酢  
64 酸エチルを加えて正確に50mLとする。この液20mLを遠心  
65 分離した後、上澄液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを  
66 正確に加え、更に酢酸エチルを加えて20mLとし、試料溶液  
67 とする。別に定量用カルバミン酸クロルフェネシンをデシケ  
68 ーター(減圧、シリカゲル)で4時間乾燥し、その約0.1gを精  
69 密に量り、酢酸エチルに溶かし、正確に50mLとする。この  
70 液5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、更に  
71 酢酸エチルを加えて20mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
72 及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
73 ィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に  
74 対するクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積  
75 の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め、

76 クロルフェネシンカルバミン酸エステル(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量  
77 (mg)

$$78 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / 2$$

79 M<sub>S</sub>: 定量用カルバミン酸クロルフェネシンの秤取量(mg)

80 内標準溶液 エテンザミドの酢酸エチル溶液(1→400)

81 試験条件

82 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280nm)

83 カラム: 内径4mm, 長さ30cmのステンレス管に5μmの

84 液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。

85 カラム温度: 40℃付近の一定温度

86 移動相: 液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロ

87 パノール/酢酸(100)混液(700:300:1)

88 流量: クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時  
89 間約9分になるように調整する。

90 システム適合性

91 システムの性能: 「クロルフェネシンカルバミン酸エス  
92 テル」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する。

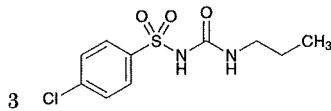
93 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
95 に対するクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピー  
96 ク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である。

97 貯法 容器 密閉容器。

1 クロルプロパミド

1 クロルプロパミド

2 Chlorpropamide



4  $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$  : 276.74

5 4-Chloro-N-(propylcarbamoyl)benzenesulfonamide

6 [94-20-2]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、クロルプロパミド  
8 ( $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく、エタノール  
11 (95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水  
12 にほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品0.08gをメタノール50mLに溶かす。この液1mL  
15 に0.01mol/L塩酸試液を加えて200mLとした液につき、紫外  
16 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
19 認める。

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

24 (3) 本品につき、炎色反応試験(2) (1.04) を行うとき、緑  
25 色を呈する。

26 融点 (2.60) 127~131°C

27 純度試験

28 (1) 酸 本品3.0gに水150mLを加え、70°Cで5分間加温し  
29 た後、氷水中で1時間放置し、ろ過する。ろ液25mLにメチ  
30 ルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.30mL  
31 を加えるとき、液は黄色を呈する。

32 (2) 塩化物 (1.03) (1)のろ液40mLに希硝酸6mL及び水  
33 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
34 液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下)。

35 (3) 硫酸塩 (1.14) (1)のろ液40mLに希塩酸1mL及び水  
36 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
37 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.021%以下)。

38 (4) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
40 下)。

41 (5) 類縁物質 本品0.60gをとり、アセトンに溶かし、正  
42 確に10mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、  
43 アセトンを加えて正確に300mLとし、標準溶液(1)とする。  
44 別に4-クロロベンゼンスルホンアミド60mgをとり、アセ  
45 トンに溶かし、正確に300mLとし、標準溶液(2)とする。こ  
46 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試  
47 験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつ  
48 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄

49 層板にスポットする。次にシクロヘキサン/3-メチルー1  
50 -ブタノール/メタノール/アンモニア水(28)混液(15 :  
51 10 : 5 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
52 風乾する。これを100°Cで1時間乾燥した後、次亜塩素酸ナ  
53 トリウム試液を均等に噴霧し、15分間風乾する。これにヨ  
54 ウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき、標準溶液  
55 (2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たス  
56 ポットは、標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。ま  
57 た、試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポッ  
58 トは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。

59 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

60 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

61 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、中和エタノ  
62 ール30mLに溶かし、水20mLを加え、0.1mol/L水酸化ナト  
63 リウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノールフタレイン  
64 試液3滴)。

65 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL

66 =27.67mg  $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$

67 貯法 容器 密閉容器。

1 クロルプロパミド錠

1 クロルプロパミド錠

2 Chlorpropamide Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 クロルプロパミド(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S : 276.74)を含む。

5 製法 本品は「クロルプロパミド」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「クロルプロパミ  
8 ド」0.08gに対応する量を取り、メタノール50mLを加えて  
9 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液1mLをとり、0.01mol/L塩酸  
10 試液を加えて200mLとした液につき、紫外可視吸光度測定  
11 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長231~  
12 235nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、移動相75mLを加えて時々強く振り混ぜ  
16 ながら20分間超音波処理を行った後、1mL中に「クロルプ  
17 ロパミド」約2.5mgを含む液となるように移動相を加えて正  
18 確にV mLとする。この液を遠心分離した後、上澄液2mLを  
19 正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、試料溶液  
20 とする。以下定量法を準用する。

21 クロルプロパミド(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S)の量(mg)  
22  $= M_s \times A_T / A_S \times V / 20$

23 M<sub>s</sub> : 定量用クロルプロパミドの秤取量(mg)

24 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
25 ル法により毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の  
26 溶出率は70%以上である。

27 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
28 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
29 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
30 確に量り、表示量に従い1mL中にクロルプロパミド  
31 (C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S)約10μgを含む液となるように試験液を加え  
32 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用クロル  
33 プロパミドを105℃で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量  
34 り、メタノール10mLに溶かした後、水を加えて正確に  
35 50mLとする。この液1mLを正確に量り、試験液を加えて正  
36 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
37 につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
38 により試験を行い、波長232nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を  
39 測定する。

40 クロルプロパミド(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S)の表示量に対する溶出率  
41 (%)

42  $= M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

43 M<sub>s</sub> : 定量用クロルプロパミドの秤取量(mg)

44 C : 1錠中のクロルプロパミド(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S)の表示量  
45 (mg)

46 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
47 とする。クロルプロパミド(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S)約50mgに対応  
48 する量を精密に量り、移動相75mLを加えて10分間振り混ぜ  
49 た後、移動相を加えて正確に100mLとする。この液を遠心

50 分離し、上澄液10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
51 100mLとし、試料溶液とする。別に定量用クロルプロパミ  
52 ドを105℃で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、移動  
53 相に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
54 り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
55 試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で  
56 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
57 れの液のクロルプロパミドのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
58 る。

59 クロルプロパミド(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S)の量(mg) =  $M_s \times A_T / A_S$

60 M<sub>s</sub> : 定量用クロルプロパミドの秤取量(mg)

61 試験条件

62 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)  
63 カラム : 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に  
64 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
65 ル化シリカゲルを充てんする。  
66 カラム温度 : 25℃付近の一定温度  
67 移動相 : 薄めた酢酸(100)(1→100)/アセトニトリル混  
68 液(1 : 1)  
69 流量 : クロルプロパミドの保持時間が約5分になるよう  
70 に調整する。

71 システム適合性

72 システムの性能 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
73 操作するとき、クロルプロパミドのピークの理論段数  
74 及びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、1.5  
75 以下である。  
76 システムの再現性 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
77 で試験を6回繰り返すとき、クロルプロパミドのピー  
78 ク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

79 貯法 容器 密閉容器。

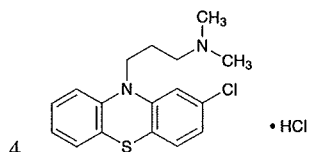


1 クロルプロマジン塩酸塩

1 クロルプロマジン塩酸塩

2 Chlorpromazine Hydrochloride

3 塩酸クロルプロマジン



5  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$  : 355.33

6 3-(2-Chloro-10H-phenothiazin-10-yl)-N,N-

7 dimethylpropylamine monohydrochloride

8 [69-09-0]

47 保存条件 遮光して保存する。

48 容器 気密容器。

9 本品を乾燥したものは定量するとき、クロルプロマジン塩  
10 酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないか、  
12 又はわずかに特異なにおいがある。

13 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸  
14 (100)に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、ジエチル  
15 エーテルにほとんど溶けない。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→1000)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加  
19 えるとき、液は赤色を呈する。

20 (2) 本品0.1gに水20mL及び希塩酸3滴を加えて溶かし、  
21 2,4,6-トリニトロフェノール試液10mLを滴加し、5時間放  
22 置する。沈殿をろ取り、水で洗い、少量のアセトンから再結  
23 晶し、105°Cで1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は175  
24 ~179°Cである。

25 (3) 本品0.5gを水5mLに溶かし、アンモニア試液2mLを  
26 加え、水浴上で5分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液に希硝  
27 酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈  
28 する。

29 融点(2.60) 194~198°C

30 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶  
31 かした液のpHは、10分以内に測定するとき、4.0~5.0であ  
32 る。

33 純度試験

34 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かした液につき、10分  
35 以内に観察するとき、無色～微黄色澄明である。

36 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
38 下)。

39 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

40 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

41 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、無水酢酸/  
42 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
43 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
44 補正する。

45 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.53mg  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$

46 貯法

## 1 クロルプロマジン塩酸塩錠

2 Chlorpromazine Hydrochloride Tablets

3 塩酸クロルプロマジン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 クロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ ; 355.33)を含  
6 む。

7 製法 本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり、錠剤の製法  
8 により製する。

## 9 確認試験

10 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「クロルプロマジン塩  
11 酸塩」0.2gに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液40mLを  
12 加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液1mLに水4mL及び塩化鉄  
13 (Ⅲ)試液1滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

14 (2) (1)のろ液20mLに2,4,6-トリニトロフェノール試液  
15 10mLを滴加し、以下「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試  
16 験(2)を準用する。

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

19 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、  
20 1mL中にクロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )約  
21 0.83mgを含む液となるように薄めたリン酸(1→500)/エタ  
22 ノール(99.5)混液(1:1)を加え、5分間超音波処理し、20分  
23 間激しく振り混ぜた後、1mL中にクロルプロマジン塩酸塩  
24 ( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )約0.5mgを含む液となるように薄めた  
25 リン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)を加えて正確  
26 にV mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターで  
27 ろ過する。初めのろ液3mLを除き、次のろ液2.5mLを正確  
28 に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→  
29 500)/エタノール(99.5)混液(1:1)を加えて25mLとし、試  
30 料溶液とする。以下定量法を準用する。

31 クロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )の量(mg)

$$32 = M_s \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

33  $M_s$ : 定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量(mg)

34 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸(1  
35 →500)/エタノール(99.5)混液(1:1)溶液(1→4500)

36 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
37 ル法により毎分75回転で試験を行うとき、本品の60分間の  
38 溶出率は75%以上である。

39 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
40 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
41 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
42 確に量り、表示量に従い1mL中にクロルプロマジン塩酸塩  
43 ( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )約5.6 $\mu$ gを含む液となるように試験液を  
44 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩  
45 酸クロルプロマジン105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約90mgを  
46 精密に量り、試験液に溶かし正確に200mLとする。この液  
47 5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100mLとする。  
48 更に、この液5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に  
49 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、  
50 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長  
51 254nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

52 クロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )の表示量に対  
53 する溶出率(%)

$$54 = M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 8$$

55  $M_s$ : 定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量(mg)

56 C: 1錠中のクロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )  
57 の表示量(mg)

58 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
59 品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。  
60 クロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )約50mgに対  
61 する量を精密に量り、薄めたリン酸(1→500)/エタノール  
62 (99.5)混液(1:1)60mLを加え、5分間超音波を照射し、20分  
63 間激しく振り混ぜた後、薄めたリン酸(1→500)/エタノール  
64 (99.5)混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、孔径0.45 $\mu$ m  
65 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3mL  
66 を除き、次のろ液2.5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを  
67 正確に加え、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液  
68 (1:1)を加えて25mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩  
69 酸クロルプロマジン105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約25mgを  
70 精密に量り、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液  
71 (1:1)に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確  
72 に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→  
73 500)/エタノール(99.5)混液(1:1)を加えて25mLとし、標  
74 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条  
75 件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内  
76 標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面  
77 積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

78 クロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )の量(mg)

$$79 = M_s \times Q_T / Q_S \times 2$$

80  $M_s$ : 定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量(mg)

81 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸(1  
82 →500)/エタノール(99.5)混液(1:1)溶液(1→4500)

## 83 試験条件

84 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 256nm)

85 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
86 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
87 リカゲルを充てんする。

88 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

89 移動相: 薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液  
90 (1→2)/アセトニトリル混液(27:13)

91 流量: クロルプロマジンの保持時間が約15分になるよ  
92 うに調整する。

## 93 システム適合性

94 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
95 操作するとき、内標準物質、クロルプロマジンの順に  
96 溶出し、その分離度は10以上である。

97 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
98 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
99 に対するクロルプロマジンのピーク面積の比の相対標  
100 準偏差は1.0%以下である。

## 101 貯法

102 保存条件 遮光して保存する。

2 クロルプロマジン塩酸塩錠

103 容器 気密容器.

1 クロルプロマジン塩酸塩注射液

1 クロルプロマジン塩酸塩注射液

2 Chlorpromazine Hydrochloride Injection

3 塩酸クロルプロマジン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
6 クロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ : 355.33)を含  
7 む。

8 製法 本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり、注射剤の製  
9 法により製する。

10 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

11 pH: 4.0～6.5

12 確認試験

13 (1) 本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」5mg  
14 に対応する容量をとり、「クロルプロマジン塩酸塩」の確認  
15 試験(1)を準用する。

16 (2) 本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.1g  
17 に対応する容量をとり、「クロルプロマジン塩酸塩」の確認  
18 試験(2)を準用する。

19 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

20 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

21 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

22 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
23 適合する。

24 定量法 本品のクロルプロマジン塩酸塩( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ )  
25 約0.15gに対応する容量を正確に量り、水30mL及び水酸化  
26 ナトリウム溶液(1→5)10mLを加え、ジエチルエーテル  
27 30mLずつで2回、20mLずつで3回抽出する。ジエチルエー  
28 テル抽出液を合わせ、洗液がフェノールフタレイン試液で赤  
29 色を呈しなくなるまで水10mLずつで洗う。ジエチルエーテ  
30 ル抽出液を水浴上で濃縮して約20mLとし、無水硫酸ナトリ  
31 ウム5gを加えて20分間放置する。この液を脱脂綿を用いて  
32 ろ過し、ジエチルエーテルで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、  
33 ジエチルエーテルを水浴上で留去する。残留物に非水滴定用  
34 アセトン50mL及び酢酸(100)5mLを加えて溶かし、  
35 0.05mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬:プロモクレ  
36 ゴールグリン・クリスタルバイオレット試液3滴)。ただし、  
37 滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする。同様  
38 の方法で空試験を行い、補正する。

39 0.05mol/L過塩素酸1mL=17.77mg  $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$

40 貯法

41 保存条件 遮光して保存する。

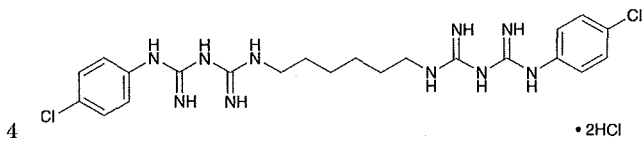
42 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 クロルヘキシジン塩酸塩

1 クロルヘキシジン塩酸塩

2 Chlorhexidine Hydrochloride

3 塩酸クロルヘキシジン



5  $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$  : 578.37

6 1,1'-Hexamethylenebis[5-(4-chlorophenyl)biguanide]

7 dihydrochloride

8 [3697-42-5]

49 この液2.0mLにギ酸2mL, 1mol/L塩酸試液15mL及び水  
50 20mLを加えて, 以下同様に操作する。

51 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(1g, 130°C, 2時間)。

52 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し, その約0.2gを精密に量り, ギ酸2.0mL  
54 に溶かし, 無水酢酸60mLを加え, 0.1mol/L過塩素酸で滴定  
55 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補  
56 正する。

57 0.1mol/L過塩素酸1mL=14.46mg  $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$

58 貯法

59 保存条件 遮光して保存する。

60 容器 気密容器。

9 本品を乾燥したものは定量するとき, クロルヘキシジン塩  
10 酸塩( $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはなく, 味は苦い。

12 本品はギ酸にやや溶けやすく, メタノール又は温メタノー  
13 ルに溶けにくく, 水, エタノール(95)又はジエチルエーテル  
14 にほとんど溶けない。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gにメタノール5mLを加え, 加温して溶かし,  
18 臭素試液1mL及び8mol/L水酸化ナトリウム試液1mLを加え  
19 るとき, 液は濃赤色を呈する。

20 (2) 本品0.3gを6mol/L塩酸試液10mLに溶かし, 氷冷し,  
21 かき混ぜながら8mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを徐々に  
22 加えるとき, 白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し, 水で洗い,  
23 薄めたエタノール(7→10)から再結晶し, 105°Cで30分間乾  
24 燥するとき, その融点 (2.60) は130~134°Cである。

25 (3) 本品0.1gを希硝酸50mLに溶かした液は, 塩化物の定  
26 性反応 (1.09) を呈する。

27 純度試験

28 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり, 第2法により操作し,  
29 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
30 下)。

31 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをるつぼにとり, 硝酸マグネ  
32 シウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え,  
33 エタノールに点火して燃焼させた後, 徐々に加熱して灰化す  
34 る。もしこの方法で, なお炭化物が残るときは, 少量の硝酸  
35 で潤し, 再び強熱して灰化する。冷後, 残留物に希塩酸  
36 10mLを加え, 水浴上で加温して溶かし, これを検液とし,  
37 試験を行う(2ppm以下)。

38 (3) 4-クロロアニリン 本品0.10gをギ酸2mLに溶かし,  
39 直ちに1mol/L塩酸試液15mL及び水20mLを加え, 亜硝酸ナ  
40 トリウム試液0.3mLを加えて振り混ぜ, 2分間放置し, 次に  
41 アミド硫酸アンモニウム試液4mLを加え, 1分間放置する。  
42 この液に*N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミ  
43 ンシユウ酸塩・アセトン試液5mLを加えて10分間放置し,  
44 エタノール(95)1mL及び水を加えて50mLとするとき, 液の  
45 色は次の比較液より濃くない。

46 比較液: 4-クロロアニリン20mgを1mol/L塩酸試液10mL  
47 に溶かし, 水を加えて正確に100mLとする。この液  
48 5mLを正確に量り, 水を加えて正確に100mLとする。

1 クロルヘキシジングルコン酸塩液

2 Chlorhexidine Gluconate Solution

3 グルコン酸クロルヘキシジン液

4 本品はクロルヘキシジンの二グルコン酸塩水溶液である。  
5 本品は定量するとき、クロルヘキシジングルコン酸塩  
6 ( $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_6H_{12}O_7$ ; 897.76)19.0~21.0w/v%を含む。  
7 性状 本品は無色~微黄色の澄明な液で、においはなく、味は  
8 苦い。  
9 本品は水又は酢酸(100)と混和する。本品1mLはエタノー  
10 ル(99.5)5mL以下又はアセトン3mL以下と混和するが、溶媒  
11 の量を増加するとき白濁する。  
12 本品は光によって徐々に着色する。  
13 比重  $d_{20}^{20}$ : 1.06~1.07

14 確認試験

15 (1) 本品0.05mLにメタノール5mLを加え、臭素試液1mL  
16 及び8mol/L水酸化ナトリウム試液1mLを加えるとき、液は  
17 濃赤色を呈する。

18 (2) 本品0.5mLに水10mL及び硫酸銅(II)試液0.5mLを加  
19 えるとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は沸騰するまで加熱  
20 するとき、淡紫色を呈する。

21 (3) 本品10mLに水5mLを加え、氷冷し、かき混ぜながら  
22 水酸化ナトリウム試液5mLを徐々に加えるとき、白色の沈  
23 殿を生じる。この液をろ過し、残留物を水で洗い、薄めたエ  
24 タノール(7→10)から再結晶し、105℃で30分間乾燥すると  
25 き、その融点 (2.60) は130~134℃である。

26 (4) (3)のろ液を5mol/L塩酸試液を用いて中和した後、こ  
27 の液5mLに酢酸(100)0.65mL及び新たに蒸留したフェニルヒ  
28 ドラジン1mLを加え、水浴上で30分間加熱し、冷後、ガラ  
29 ス棒で内壁をこするとき、結晶を析出する。結晶をろ取し、  
30 熱湯10mLに溶かし、活性炭少量を加えてろ過する。冷後、  
31 ガラス棒で内壁をこすり、析出した結晶をろ取し、乾燥する  
32 とき、その融点 (2.60) は約195℃(分解)である。

33 pH (2.54) 本品5.0mLを水100mLに溶かした液のpHは5.5  
34 ~7.0である。

35 純度試験 4-クロロアニリン 本品2.0mLに水を加えて正確  
36 に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水20mL及び  
37 1mol/L塩酸試液5mLを加え、亜硝酸ナトリウム試液0.3mL  
38 を加えて振り混ぜ、2分間放置し、次にアミド硫酸アンモニ  
39 ウム試液4mLを加え、1分間放置する。次に*N,N*-ジエチル  
40 *N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシユウ酸塩・アセトン試  
41 液5mLを加えて10分間放置し、エタノール1mL及び水を加  
42 えて50mLとするとき、液の色は次の比較液より濃くない。

43 比較液: 4-クロロアニリン0.020gを1mol/L塩酸試液  
44 10mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この  
45 液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。  
46 この液5mLに水20mL及び1mol/L塩酸試液5mLを加え  
47 て以下同様に操作する。

48 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(2g, 蒸発後)。

49 定量法 本品2mLを正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、残留  
50 物を非水滴定用酢酸60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
51 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
52 補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=22.44mg  $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2C_6H_{12}O_7$

54 貯法

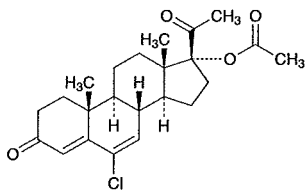
55 保存条件 遮光して保存する。

56 容器 気密容器。

1 クロルマジノン酢酸エステル

2 Chlormadinone Acetate

3 酢酸クロルマジノン



5 C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>ClO<sub>4</sub> : 404.93

6 6-Chloro-3,20-dioxopregna-4,6-dien-17-yl acetate

7 [302-22-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、クロルマジノン酢酸  
9 エステル(C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>ClO<sub>4</sub>)98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、におい  
11 はない。

12 本品はクロロホルムに溶けやすく、アセトニトリルにやや  
13 溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けに  
14 にくく、水にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品2mgをエタノール(95)1mLに溶かし、1,3-ジニ  
17 トロベンゼン試液1mL及び水酸化カリウム溶液(1→5)1mL  
18 を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

19 (2) 本品0.05gに水酸化カリウム・エタノール試液2mLを  
20 加え、水浴上で5分間煮沸する。冷後、薄めた硫酸(2→  
21 7)2mLを加え、1分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルの  
22 においを発する。

23 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
24 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
25 本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルマジノン酢酸エス  
26 テル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
27 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

28 (4) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
29 色を呈する。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -10.0～-14.0°(乾燥後, 0.2g, アセ  
31 トニトリル, 10mL, 100mm)。

32 融点(2.60) 211～215°C

33 純度試験

34 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
36 下)。

37 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
38 製し、試験を行う(2ppm以下)。

39 (3) 類縁物質 本品20mgをアセトニトリル10mLに溶か  
40 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトニ  
41 トリルを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
42 溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
43 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
44 液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試  
45 料溶液のクロルマジノン酢酸エステル以外のピークの合計面  
46 積は、標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積

47 より大きくない。

48 試験条件

49 検出器：紫外吸光度計(測定波長：236nm)

50 カラム：内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μmの  
51 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
52 カゲルを充てんする。

53 カラム温度：30°C付近の一定温度

54 移動相：アセトニトリル/水混液(13 : 7)

55 流量：クロルマジノン酢酸エステルの保持時間が約10  
56 分になるように調整する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルマジノン酢  
58 酸エステルの保持時間の約1.5倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、アセトニト  
61 リルを加えて正確に50mLとする。この液10μLから  
62 得たクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積が、標  
63 準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の  
64 7～13%になることを確認する。

65 システムの性能：本品8mg及びパラオキシ安息香酸ブチ  
66 ル2mgをアセトニトリル100mLに溶かす。この液  
67 10μLにつき、上記の条件で操作するとき、パラオキ  
68 シ安息香酸ブチル、クロルマジノン酢酸エステルの順  
69 に溶出し、その分離度は8以上である。

70 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、クロルマジノン酢酸エス  
72 テルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

73 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
74 間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

76 定量法 本品及びクロルマジノン酢酸エステル標準品を乾燥し、  
77 その約20mgずつを精密に量り、それぞれをエタノール(95)  
78 に溶かし、正確に100mLとする。これらの液5mLずつを正  
79 確に量り、それぞれにエタノール(95)を加えて正確に  
80 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
81 標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験  
82 を行い、波長285nmにおける吸光度A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を測定する。

83 クロルマジノン酢酸エステル(C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>ClO<sub>4</sub>)の量(mg)

$$84 = M_s \times A_r / A_s$$

85 M<sub>s</sub> : クロルマジノン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

86 貯法

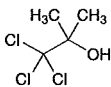
87 保存条件 遮光して保存する。

88 容器 気密容器。

1 クロロブタノール

1 クロロブタノール

2 Chlorobutanol



4  $C_4H_7Cl_3O$  : 177.46

5 1,1,1-Trichloro-2-methylpropan-2-ol

6 [57-15-8]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、クロロブタ  
8 ノール( $C_4H_7Cl_3O$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は無色又は白色の結晶で、カンフルようのにおいが  
10 ある。

11 本品はメタノール、エタノール(95)又はジエチルエーテル  
12 に極めて溶けやすく、水に溶けにくい。

13 本品は空气中で徐々に揮散する。

14 融点：約76℃以上。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→200)5mLに水酸化ナトリウム試液  
17 1mLを加え、ヨウ素試液3mLを徐々に加えるとき、黄色の  
18 沈殿を生じ、ヨードホルムのにおいを発する。

19 (2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム試液5mLを加えてよく  
20 振り混ぜ、アニリン3～4滴を加え、穏やかに加温するとき、  
21 フェニルイソシアニド(有毒)の不快なにおいを発する。

22 純度試験

23 (1) 酸 本品を粉末とし、その0.10gに水5mLを加えてよ  
24 く振り混ぜるとき、液は中性である。

25 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gを希エタノール25mLに溶か  
26 し、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液と  
27 し、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLに希エタノ  
28 ール25mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする  
29 (0.071%以下)。

30 水分 (2.48) 6.0%以下(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

31 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

32 定量法 本品約0.1gを精密に量り、200mLの三角フラスコに  
33 入れ、エタノール(95)10mLに溶かし、水酸化ナトリウム試  
34 液10mLを加え、還流冷却器を付けて10分間煮沸する。冷後、  
35 希硝酸40mL及び正確に0.1mol/L硝酸銀液25mLを加え、よ  
36 く振り混ぜ、ニトロベンゼン3mLを加え、沈殿が固まるま  
37 で激しく振り混ぜた後、過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシア  
38 ン酸アンモニウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：硫酸アンモ  
39 ニウム鉄(III)試液2mL)。同様の方法で空試験を行う。

40 0.1mol/L硝酸銀液1mL=5.915mg  $C_4H_7Cl_3O$

41 貯法 容器 気密容器。



## 1 軽質無水ケイ酸

### 1 軽質無水ケイ酸

#### 2 Light Anhydrous Silicic Acid

3 本品は定量するとき、換算した強熱物に対し、二酸化ケイ  
4 素( $\text{SiO}_2$ : 60.08)98.0%以上を含む。

5 性状 本品は白色～帯青白色の軽い微細な粉末で、におい及び  
6 味はなく、滑らかな触感がある。

7 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん  
8 ど溶けない。

9 本品はフッ化水素酸、熱水酸化カリウム試液又は熱水酸化  
10 ナトリウム試液に溶け、希塩酸に溶けない。

#### 11 確認試験

12 (1) 本品0.1gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え、煮沸  
13 して溶かし、塩化アンモニウム試液12mLを加えるとき、白  
14 色ゲル状の沈殿を生じる。この沈殿は希塩酸に溶けない。

15 (2) (1)の沈殿にメチレンブルー溶液(1→10000)10mLを加  
16 え、次に水で洗うとき、沈殿は青色を呈する。

17 (3) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウムの融解  
18 球をつくり、これに本品を付け、再び融解するとき、球中に  
19 不溶融の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網  
20 目状の模様を生じる。

#### 21 純度試験

22 (1) 塩化物 (1.03) 本品0.5gに水酸化ナトリウム試液  
23 20mLを加え、煮沸して溶かし、冷後、必要ならばろ過し、  
24 水10mLで洗い、洗液をろ液に合わせ、希硝酸18mLを加え  
25 て振り混ぜた後、水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
26 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.15mLに水酸化ナト  
27 リウム試液20mL、希硝酸18mL及び水を加えて50mLとす  
28 る(0.011%以下)。

29 (2) 重金属 (1.07) 本品0.5gに水酸化ナトリウム試液  
30 20mLを加え、煮沸して溶かし、冷後、酢酸(31)15mLを加  
31 えて振り混ぜた後、必要ならばろ過し、水10mLで洗い、ろ  
32 液及び洗液を合わせ、水を加えて50mLとする。これを検液  
33 とし、試験を行う。比較液は水酸化ナトリウム試液20mLに  
34 フェノールフタレイン試液1滴を加え、液の赤色が消えるま  
35 で酢酸(31)を加えた後、鉛標準液2.0mL、希酢酸2mL及び水  
36 を加えて50mLとする(40ppm以下)。

37 (3) 鉄 (1.10) 本品0.040gに希塩酸10mLを加え、水浴中  
38 で10分間振り混ぜながら加熱する。冷後、L-酒石酸0.5gを  
39 加え、振り混ぜてL-酒石酸を溶かした後、以下第2法によ  
40 り検液を調製し、B法により試験を行う。比較液には鉄標準  
41 液2.0mLを加える(500ppm以下)。

42 (4) アルミニウム 本品0.5gに水酸化ナトリウム試液  
43 40mLを加え、煮沸して溶かし、冷後、水酸化ナトリウム試  
44 液を加えて50mLとし、ろ過する。ろ液10mLを量り、酢酸  
45 (31)17mLを加えて振り混ぜ、アルミノン試液2mL及び水  
46 を加えて50mLとし、30分間放置するとき、液の色は次の比較  
47 液より濃くない。

48 比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物0.176gを  
49 水に溶かし1000mLとする。この液15.5mLに水酸化ナ  
50 トリウム試液10mL、酢酸(31)17mL、アルミノン試液  
51 2mL及び水を加えて50mLとする。

52 (5) カルシウム 本品1.0gに水酸化ナトリウム試液30mL

53 を加え、煮沸して溶かし、冷後、水20mL及びフェノールフ  
54 タレイン試液1滴を加え、液の赤色が消えるまで希硝酸を加  
55 え、直ちに希酢酸5mLを加えて振り混ぜた後、水を加えて  
56 100mLとし、遠心分離又はろ過して澄明な液を得る。この  
57 液25mLにシュウ酸試液1mL及びエタノール(95)を加えて  
58 50mLとし、直ちに振り混ぜた後、10分間放置するとき、液  
59 の混濁は次の比較液より濃くない。

60 比較液：180℃で4時間乾燥した炭酸カルシウム0.250gを  
61 希塩酸3mLに溶かし、水を加えて100mLとする。この  
62 液4mLに希酢酸5mL及び水を加えて100mLとする。こ  
63 の液25mLをとり、シュウ酸試液1mL及びエタノール  
64 (95)を加えて50mLとし、振り混ぜる。

65 (6) ヒ素 (1.11) 本品0.40gを磁製のつぼにとり、水酸化  
66 ナトリウム試液10mLを加え、煮沸して溶かし、冷後、水  
67 5mL及び希塩酸5mLを加えて振り混ぜ、これを検液とし、  
68 試験を行う(5ppm以下)。

69 乾燥減量 (2.41) 7.0%以下(1g, 105℃, 4時間)。

70 強熱減量 (2.43) 12.0%以下(1g, 850~900℃, 恒量)。

71 容積試験 本品5.0gを量り、200mLのメスシリンダーに徐々  
72 に入れて静置するとき、その容積は70mL以上である。

73 定量法 本品約1gを精密に量り、塩酸20mLを加え、砂浴上で  
74 蒸発乾固し、残留物を更に塩酸で潤して蒸発乾固した後、  
75 110~120℃で2時間加熱する。冷後、希塩酸5mLを加え、  
76 加熱した後、室温に放冷し、熱湯20~25mLを加えて速やか  
77 にろ過し、洗液が塩化物の定性反応(2) (1.09)を呈しなくな  
78 るまで温湯で洗い、残留物をろ紙と共に白金のつぼに入れ、  
79 強熱して灰化し、更に30分間強熱し、冷後、質量を量りa(g)  
80 とする。次に残留物を水で潤し、フッ化水素酸6mL及び硫  
81 酸3滴を加え、蒸発乾固した後、5分間強熱し、冷後、質量  
82 を量りb(g)とする。

83 二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )の量(g)= $a-b$

84 貯法 容器 気密容器。

## 1 合成ケイ酸アルミニウム

## 2 Synthetic Aluminum Silicate

3 性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

4 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん  
5 ど溶けない。

6 本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→5)20mLを加えて加熱  
7 するとき、わずかに不溶分を残して溶ける。

## 8 確認試験

9 (1) 本品0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え、白煙が発生  
10 するまで加熱し、冷後、水20mLを加えてろ過し、ろ液にア  
11 ンモニア試液を加えて弱酸性とした液は、アルミニウム塩の  
12 定性反応(1.09)を呈する。

13 (2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和  
14 物の融解球を作り、これに本品を付け、再び融解するとき、  
15 球中に不溶融の塊を認め、その融解球は冷えると不透明とな  
16 り、網目状の模様を生じる。

## 17 純度試験

18 (1) 液性 本品1.0gに水20mLを加えて振り混ぜ、遠心分  
19 離して得た上澄液は中性である。

20 (2) 塩化物(1.03) 本品5.0gに水100mLを加え、15分間  
21 よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、水を加えてもと  
22 の容量とし、遠心分離する。上澄液10mLに希硝酸6mL及び  
23 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
24 較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

25 (3) 硫酸塩(1.14) (2)の上澄液2.0mLに希塩酸1mL及び  
26 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
27 較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下)。

28 (4) 重金属(1.07) 本品3.0gに水50mL及び塩酸5mLを加  
29 え、20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、遠  
30 心分離し、上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで2回洗い、  
31 毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、アンモニア水  
32 (28)を滴加し、沈殿がわずかに析出したとき、強く振り動か  
33 しながら希塩酸を滴加して再び溶かす。この液に塩酸ヒドロ  
34 キシアンモニウム0.45gを加えて加熱し、冷後、酢酸ナトリ  
35 ウム三水和物0.45g、希酢酸6mL及び水を加えて150mLとす  
36 る。この液50mLをとり、これを検液とし、試験を行う。比  
37 較液は鉛標準液3.0mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g、  
38 酢酸ナトリウム三水和物0.15g、希酢酸2mL及び水を加えて  
39 50mLとする(30ppm以下)。

40 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gに希塩酸10mLを加え、よく振  
41 り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却し  
42 た後、遠心分離する。残留物に希塩酸5mLを加えてよく振  
43 り混ぜ、遠心分離する。更に水10mLを加え、同様に操作し、  
44 全抽出液を合わせ、水浴上で加熱濃縮して5mLとする。こ  
45 れを検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

46 乾燥減量(2.41) 20.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

47 制酸力(6.04) 本品約1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、  
48 0.1mol/L塩酸200mLを正確に加え、密栓し37±2°Cで1時間  
49 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液50mLを正確に量り、過量の  
50 塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまでよく  
51 かき混ぜながら滴定(2.50)する。本品1gにつき、0.1mol/L  
52 塩酸の消費量は50.0mL以上である。

1 天然ケイ酸アルミニウム

1 天然ケイ酸アルミニウム

2 Natural Aluminum Silicate

3 性状 本品は白色又はわずかに着色した粉末で、におい及び味  
4 はない。

5 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん  
6 ど溶けない。

7 本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→5)20mLを加えて加熱  
8 するとき、一部分は分解して溶けるが、大部分は不溶である。

9 確認試験

10 (1) 本品0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え、白煙が発生  
11 するまで加熱し、冷後、水20mLを加えてろ過し、ろ液にアン  
12 モニア試液を加えて弱酸性とした液は、アルミニウム塩の  
13 定性反応(1.09)を呈する。

14 (2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和  
15 物の融解球を作り、これに本品を付け、再び融解するとき、  
16 球中に不溶融の塊を認め、その融解球は冷えると不透明とな  
17 り、網目状の模様を生じる。

18 純度試験

19 (1) 液性 本品5.0gに水100mLを加えて振り混ぜ、遠心  
20 分離して得た上澄液は中性である。

21 (2) 塩化物(1.03) 本品5.0gに水100mLを加え、15分間  
22 よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、水を加えてもとの  
23 容量とし、遠心分離する。上澄液10mLに希硝酸6mL及び  
24 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
25 較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

26 (3) 硫酸塩(1.14) (6)の残留物に希塩酸3mLを加え、水  
27 浴上で10分間加熱した後、水を加えて50mLとし、ろ過する。  
28 ろ液2.0mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これ  
29 を検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
30 1.0mLを加える(0.480%以下)。

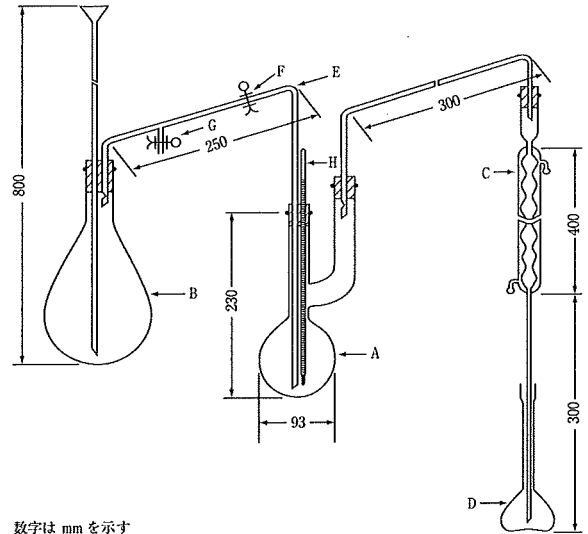
31 (4) 重金属(1.07) 本品1.5gに水50mL及び塩酸5mLを加  
32 え、20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、遠  
33 心分離し、上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで2回洗い、  
34 毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、アンモニア水  
35 (28)を滴加し、沈殿がわずかに析出したとき、強く振り動か  
36 しながら希塩酸を滴加して再び溶かす。この液に塩酸ヒドロ  
37 キシアンモニウム0.45gを加えて加熱し、冷後、酢酸ナトリ  
38 ウム三水合物0.45g、希酢酸6mL及び水を加えて150mLとす  
39 る。この液50mLをとり、これを検液とし、試験を行う。比  
40 較液は鉛標準液2.0mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.15g、  
41 酢酸ナトリウム三水合物0.15g、希酢酸2mL及び水を加えて  
42 50mLとする(40ppm以下)。

43 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gに希塩酸5mLを加え、よく振  
44 り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却し  
45 た後、遠心分離する。残留物に希塩酸5mLを加えてよく振  
46 り混ぜ、遠心分離する。更に水10mLを加え、同様に操作し、  
47 全抽出液を合わせ、水浴上で加熱濃縮して5mLとする。これ  
48 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

49 (6) 可溶性塩 (1)の上澄液50mLを水浴上で蒸発乾固し、  
50 残留物を700℃で2時間強熱するとき、その量は40mg以下で  
51 ある。

52 (7) フッ化物

53 (i) 装置 図に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接  
54 続部はすり合せにしてもよい。



55 数字は mm を示す

- 56 A: 容量約300mLの蒸留フラスコ  
57 B: 容量約100mLの水蒸気発生器  
58 突沸を避けるために沸騰石を入れる。  
59 C: 冷却器  
60 D: 受器 容量200mLのメスフラスコ  
61 E: 内径約8mmの水蒸気導入管  
62 F, G: ピンチコック付きゴム管  
63 H: 温度計

64 (ii) 操作法 本品5.0gをとり、水20mLを用いて蒸留フラ  
65 スコAに洗い込み、ガラススール約1g及び薄めた精製硫酸(1  
66 →2)50mLを加える。Aをあらかじめ水蒸気導入管Eに水蒸  
67 気を通じて洗った蒸留装置に連絡する。受器Dには、  
68 0.01mol/L水酸化ナトリウム液10mL及び水10mLを入れ、冷  
69 却器Cの下端をこの液に浸す。Aを徐々に加熱して液の温度  
70 が130℃になったとき、ゴム管Fを開いてゴム管Gを閉じ、  
71 水を激しく沸騰させた水蒸気発生器Bから水蒸気を通じる。  
72 同時にA中の液の温度を135~145℃に保つようにAを加熱す  
73 る。蒸留速度は1分間約10mLとする。留液が約170mLにな  
74 ったとき、蒸留を止め、Cを少量の水で洗い、洗液を留液に  
75 合わせ、水を加えて正確に200mLとし、これを試験液とす  
76 る。以下酸素フラスコ燃焼法(1.06)のフッ素の定量操作法  
77 により試験を行う。ただし、補正液は調製しない。次式によ  
78 り試験液中のフッ素(F)の量を求めるとき、0.01%以下であ  
79 る。

80 試験液中のフッ素(F: 19.00)の量(mg)  
81 = 標準液5mL中のフッ素の量(mg) ×  $A_T/A_S$  × 200/V

82 乾燥減量(2.41) 20.0%以下(1g, 105℃, 3時間)。

83 吸着力 本品0.10gにメチレンブルー溶液(3→2000)20mLを加  
84 えて15分間振り混ぜ、更に37±2℃で5時間放置した後、遠  
85 心分離する。上澄液1.0mLに水を加えて200mLとし、その  
86 50mLをネスラー管に入れ、白色の背景を用いて側方又は上  
87 方から観察するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

88 比較液: メチレンブルー溶液(3→2000)1.0mLに水を加え  
89 て400mLとし、この液50mLを用いる。

90 貯法 容器 密閉容器。

## 1 ケイ酸マグネシウム

### 1 ケイ酸マグネシウム

#### 2 Magnesium Silicate

3 本品は定量するとき、二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ : 60.08)45.0%  
4 以上及び酸化マグネシウム( $\text{MgO}$ : 40.30)20.0%以上を含み、  
5 二酸化ケイ素と酸化マグネシウムとのパーセント(%)の比は  
6 2.2~2.5である。

7 性状 本品は白色の微細な粉末で、におい及び味はない。

8 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん  
9 ど溶けない。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品0.5gに希塩酸10mLを加え、振り混ぜてろ過し、  
12 ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はマグネシウム  
13 塩の定性反応(1.09)を呈する。

14 (2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和  
15 物の融解球をつくり、これに本品を付け、再び融解するとき、  
16 球中に不溶解の塊を認め、その融解球は冷えると不透明とな  
17 り、網目状の模様を生じる。

#### 18 純度試験

19 (1) 可溶性塩 本品10.0gに水150mLを加え、水浴上で60  
20 分間振り混ぜ、冷後、水を加えて150mLとし、遠心分離し  
21 て得た澄明な液75mLをとり、これに水を加えて100mLとし、  
22 試料溶液とする。試料溶液25mLを水浴上で蒸発乾固し、更  
23 に700°Cで2時間強熱するとき、その量は0.02g以下である。

24 (2) アルカリ (1)の試料溶液20mLにフェノールフタレイ  
25 ン試液2滴及び0.1mol/L塩酸1.0mLを加えるとき、液は無色  
26 である。

27 (3) 塩化物(1.03) (1)の試料溶液10mLに希硝酸6mL及  
28 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
29 比較液には0.01mol/L塩酸0.75mLを加える(0.053%以下)。

30 (4) 硫酸塩(1.14) (1)の残留物に希塩酸3mLを加え、水  
31 浴上で10分間加熱した後、水30mLを加えてろ過し、水で洗  
32 い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて50mLとする。この  
33 液4mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
34 液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを  
35 加える(0.480%以下)。

36 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gに水20mL及び塩酸3mLを加  
37 え、2分間煮沸した後、ろ過し、水5mLずつで2回洗い、ろ  
38 液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸  
39 2mLを加え、加温して溶かし、必要ならばろ過し、水を加  
40 えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は  
41 鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする  
42 (30ppm以下)。

43 (6) ヒ素(1.11) 本品0.40gに希塩酸5mLを加え、よく振  
44 り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却し  
45 た後、遠心分離する。残留物に希塩酸5mLを加えてよく振  
46 り混ぜ、遠心分離する。更に水10mLを加え、同様に操作し、  
47 全抽出液を合わせ、水浴上で加熱濃縮して5mLとする。こ  
48 れを検液とし、試験を行う(5ppm以下)。

49 強熱減量(2.43) 34%以下(0.5g, 850°C, 3時間)。

50 制酸力(6.04) 本品約0.2gを精密に量り、共栓フラスコに入  
51 れ、正確に0.1mol/L塩酸30mL及び水20mLを加え、37±  
52 2°Cで1時間振り混ぜ、冷後、上澄液25mLを正確に量り、過

53 量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまで、  
54 よくかき混ぜながら滴定(2.50)する。

55 本品の強熱減量における残留物に換算するとき、その1g  
56 につき、0.1mol/L塩酸の消費量は140~160mLである。

#### 57 定量法

58 (1) 二酸化ケイ素 本品約0.7gを精密に量り、0.5mol/L硫  
59 酸試液10mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水  
60 25mLを加え、水浴上で時々かき混ぜながら、15分間加熱す  
61 る。上澄液を定量分析用ろ紙を用いてろ過し、残留物に熱湯  
62 25mLを加えてかき混ぜ、上澄液を傾斜してろ紙上に移して  
63 ろ過する。更に残留物は同様に熱湯25mLずつで2回洗った  
64 後、残留物をろ紙上に移し、洗液が硫酸塩の定性反応(1)  
65 (1.09)を呈しなくなるまで熱湯で洗い、残留物をろ紙と共  
66 に白金ろつぽに入れ、強熱して灰化し、更に775~825°Cで  
67 30分間強熱し、冷後質量を量り、 $a(\text{g})$ とする。次に残留物を  
68 水で潤し、フッ化水素酸6mL及び硫酸3滴を加え、蒸発乾固  
69 した後、5分間強熱し、冷後質量を量り、 $b(\text{g})$ とする。

70 二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )の含量(%)= $\{(a-b)/M\} \times 100$

71  $M$ : 本品の秤取量(g)

72 (2) 酸化マグネシウム 本品約0.3gを50mLの三角フラス  
73 コに精密に量り、0.5mol/L硫酸試液10mLを加え、水浴上で  
74 15分間加熱する。冷後、100mLのメスフラスコに移し、三  
75 角フラスコは水で洗い、洗液及び水を加えて100mLとする。  
76 この液をろ過し、ろ液50mLを正確に量り、水50mL及び薄  
77 めた2,2',2''-ニトリロトリエタノール(1→2)5mLを加えてよ  
78 く振り混ぜる。これにアンモニア試液2.0mL及びpH10.7の  
79 アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mLを加え、  
80 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で  
81 滴定(2.50)する(指示薬: エリオクロムブラックT・塩化ナ  
82 トリウム指示薬0.04g)。

83 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
84 1mL  
85 =2.015mg MgO

86 (3) 二酸化ケイ素( $\text{SiO}_2$ )と酸化マグネシウム( $\text{MgO}$ )とのパ  
87 ーセント(%)の比 定量法(1)及び(2)の数値から求める。

88 貯法 容器 密閉容器。

## 1 ケタミン塩酸塩

### ケタミン塩酸塩

Ketamine Hydrochloride

塩酸ケタミン



$C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$  : 274.19

(2*RS*)-2-(2-Chlorophenyl)-2-(methylamino)cyclohexanone  
monohydrochloride

[1867-66-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、ケタミン塩酸塩 ( $C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく、無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

融点：約258°C(分解)。

#### 確認試験

(1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→3000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

(3) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$ (269nm) : 22.0~24.5(乾燥後, 30mg, 0.1mol/L塩酸試液, 100mL)。

pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは3.5~4.5である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

(3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調製し、試験を行う(2ppm以下)。

(4) 類縁物質 本品0.5gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/イソプロピルアミン混液(49:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧

用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、乾燥した後、過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、ギ酸1mLに溶かした後、無水酢酸/酢酸(100)混液(6:1)70mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

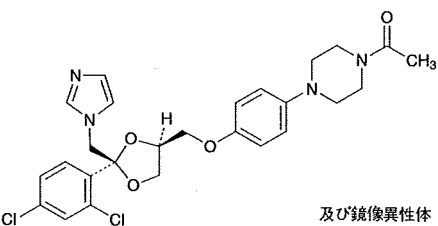
0.1mol/L過塩素酸1mL=27.42mg  $C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

1 ケトコナゾール

1 ケトコナゾール

2 Ketoconazole



4  $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$  : 531.43

5 1-Acetyl-4-{4-[[2-(2,4-dichlorophenyl)-

6 2-(1*H*-imidazol-1-ylmethyl)-1,3-dioxolan-

7 4-yl]methoxy}phenyl}piperazine

8 [65277-42-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ケトコナゾール  
10 ( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ )99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色~淡黄白色の粉末である。

12 本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)に  
13 やや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(3→100000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
19 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
20 る。

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

25 (3) 本品につき、炎色反応試験(2)(1.04)を行うとき、緑  
26 色を呈する。

27 融点(2.60) 148~152°C

28 純度試験

29 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
30 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
31 下)。

32 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
33 試料溶液とする。この液5mLを正確に量り、メタノールを  
34 加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、メ  
35 タノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料  
36 溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
37 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
38 液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試  
39 料溶液のケトコナゾール以外のピーク面積は、標準溶液の  
40 ケトコナゾールのピーク面積の2/5より大きくない。また、  
41 試料溶液のケトコナゾール以外のピークの合計面積は、標準  
42 溶液のケトコナゾールのピーク面積より大きくない。

43 試験条件

44 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

45 カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に3μm

46 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
47 リカゲルを充てんする。

48 カラム温度：25°C付近の一定温度

49 移動相A：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

50 移動相B：硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(17  
51 →5000)

52 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
53 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 10	5 → 50	95 → 50
10 ~ 15	50	50

54 流量：毎分2.0mL

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後15分まで  
56 システム適合性

57 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、メタノール  
58 を加えて正確に20mLとする。この液10μLから得た  
59 ケトコナゾールのピーク面積が、標準溶液のケトコナ  
60 ゾールのピーク面積の7~13%になることを確認する。  
61 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
62 操作するとき、ケトコナゾールのピークの理論段数及  
63 びシンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、1.5  
64 以下である。

65 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、ケトコナゾールのピーク  
67 面積の相対標準偏差は2.5%以下である。

68 (3) 残留溶媒 別に規定する。

69 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

70 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

71 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、2-ブタノ  
72 ン/酢酸(100)混液(7:1)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸  
73 で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行  
74 い、補正する。

75 0.1mol/L過塩素酸1mL=26.57mg  $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$

76 貯法

77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 気密容器。

# 1 ケトコナゾール液

## 1 ケトコナゾール液

2 Ketoconazole Solution

3 ケトコナゾール外用液

4 本品は外用の液剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
6 ケトコナゾール( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ ; 531.43)を含む。

7 製法 本品は「ケトコナゾール」をとり、外用液剤の製法によ  
8 り製する。

9 性状 本品は澄明な液である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「ケトコナゾール」10mgに対  
11 応する量を取り、メタノールを加えて10mLとし、試料溶液  
12 とする。別にケトコナゾール10mgをメタノール10mLに溶  
13 かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
14 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
15 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
16 り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチ  
17 ル/ヘキサン/メタノール/水/アンモニア水(28)混液  
18 (40 : 40 : 30 : 2 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
19 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
20 とき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たス  
21 ポットの $R_f$ 値は等しい。

22 pH 別に規定する。

23 定量法 本品のケトコナゾール( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ )約10mgに対  
24 する量を精密に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
25 メタノール15mLを加える。この液1mLをとり、メタノール  
26 を加えて25mLとし、試料溶液とする。別に定量用ケトコナ  
27 ゾールを105°Cで4時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、  
28 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液10mLを  
29 正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノ  
30 ールを加えて20mLとする。この液1mLをとり、メタノールを  
31 加えて25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
32 20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
33 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するケトコナ  
34 ゾールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

35 ケトコナゾール( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ )の量(mg)

$$36 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

37  $M_S$ : 定量用ケトコナゾールの秤取量(mg)

38 内標準溶液 ビホナゾールのメタノール溶液(3→2000)

39 試験条件

40 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 240nm)

41 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
42 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
43 リカゲルを充てんする。

44 カラム温度: 40°C付近の一定温度

45 移動相: ジイソプロピルアミンのメタノール溶液(1→  
46 500)/酢酸アンモニウム溶液(1→200)/酢酸(100)混  
47 液(1800 : 600 : 1)

48 流量: ケトコナゾールの保持時間が約11分になるよう  
49 に調整する。

50 システム適合性

51 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

52 操作するとき、ケトコナゾール、内標準物質の順に溶  
53 出し、その分離度は3以上である。

54 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
55 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
56 に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準  
57 偏差は1.0%以下である。

58 貯法 容器 気密容器。

## 1 ケトコナゾールクリーム

### 1 ケトコナゾールクリーム

#### 2 Ketoconazole Cream

52 偏差は1.0%以下である。

53 貯法 容器 気密容器。

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

4 ケトコナゾール( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$  : 531.43)を含む。

5 製法 本品は「ケトコナゾール」をとり、クリーム剤の製法に  
6 より製する。

7 確認試験 本品の表示量に従い「ケトコナゾール」0.1gに対応

8 する量を取り、2-プロパノール20mLを加えて20分間振り

9 混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にケト

10 コナゾール25mgを2-プロパノール5mLに溶かし、標準溶

11 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

12 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ

13 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い

14 て調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサ

15 ン/メタノール/水/アンモニア水(28)混液(40 : 40 : 25 :

16 2 : 1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾す

17 る。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液

18 及び標準溶液から得たスポットの $R_f$ 値は等しい。

19 定量法 本品のケトコナゾール( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ )約25mgに対応

20 する量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mL

21 とする。この液10mLを正確に量り、内標準溶液4mLを正確

22 に加え、メタノールを加えて50mLとし、試料溶液とする。

23 別に定量用ケトコナゾールを105℃で4時間乾燥し、その約

24 25mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLと

25 する。この液5mLを正確に量り、内標準溶液4mLを正確に

26 加え、メタノールを加えて50mLとし、標準溶液とする。試

27 料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマト

28 グラフィー (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク

29 面積に対するケトコナゾールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を

30 求める。

31 ケトコナゾール( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

32  $M_S$  : 定量用ケトコナゾールの秤取量(mg)

33 内標準溶液 キサントンのメタノール溶液(1→10000)

34 試験条件

35 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

36 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m

37 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

38 リカゲルを充てんする。

39 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

40 移動相 : 酢酸アンモニウム溶液(1→200)に酢酸(100)を

41 加えてpH5.0に調整する。この液250mLにメタノー

42 ル750mLを加える。

43 流量 : ケトコナゾールの保持時間が約8分になるように

44 調整する。

45 システム適合性

46 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

47 操作するとき、内標準物質、ケトコナゾールの順に溶

48 出し、その分離度は5以上である。

49 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件

50 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

51 に対するケトコナゾールのピーク面積の比の相対標準



# 1 ケトコナゾールローション

## 1 ケトコナゾールローション

### 2 Ketoconazole Lotion

3 本品は乳剤性のローション剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 ケトコナゾール(C<sub>26</sub>H<sub>28</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub> : 531.43)を含む。

6 製法 本品は「ケトコナゾール」をとり、ローション剤の製法  
7 により製する。

8 性状 本品は白色の乳濁液である。

9 確認試験 本品をよく振り混ぜ、表示量に従い「ケトコナゾー  
10 ル」0.1gに対応する量を取り、2-プロパノール20mLを加  
11 えて20分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液  
12 とする。別にケトコナゾール25mgを2-プロパノール5mL  
13 に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ  
14 トグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準  
15 溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光  
16 剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸  
17 エチル/ヘキサン/メタノール/水/アンモニア水(28)混液  
18 (40 : 40 : 25 : 2 : 1)を展開溶媒として約12cm展開した後、  
19 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
20 とき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等  
21 しい。

22 定量法 本品をよく振り混ぜ、ケトコナゾール  
23 (C<sub>26</sub>H<sub>28</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約25mgに対応する量を精密に量り、メタノ  
24 ールに溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に  
25 量り、内標準溶液4mLを正確に加え、メタノールを加えて  
26 50mLとし、試料溶液とする。別に定量用ケトコナゾールを  
27 105°Cで4時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、メタノ  
28 ールに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、  
29 内標準溶液4mLを正確に加え、メタノールを加えて50mLと  
30 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、  
31 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
32 い、内標準物質のピーク面積に対するケトコナゾールのピー  
33 ク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

34 ケトコナゾール(C<sub>26</sub>H<sub>28</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

35 M<sub>S</sub> : 定量用ケトコナゾールの秤取量(mg)

36 内標準溶液 キサントンのメタノール溶液(1→10000)

37 試験条件

38 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 230nm)

39 カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
40 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
41 リカゲルを充てんする。

42 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

43 移動相 : 酢酸アンモニウム溶液(1→200)に酢酸(100)を  
44 加えてpH5.0に調整する。この液250mLにメタノ  
45 ール750mLを加える。

46 流量 : ケトコナゾールの保持時間が約8分になるように  
47 調整する。

48 システム適合性

49 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
50 操作するとき、内標準物質、ケトコナゾールの順に溶  
51 出し、その分離度は5以上である。

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

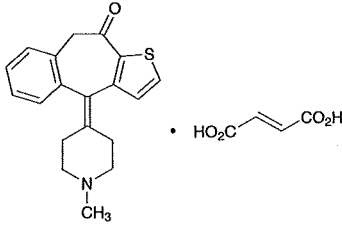
56 貯法 容器 気密容器。

1 ケトチフェン fumarate

1 ケトチフェン fumarate

2 Ketotifen Fumarate

3 fumarate of ketotifen



4

5  $C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$  : 425.50

6 4-(1-Methylpiperidin-4-ylidene)-4H-

7 benzo[4,5]cyclohepta[1,2-b]thiophen-10(9H)-one

8 monofumarate

9 [34580-14-8]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ケトチフェン fumarate

11 酸塩( $C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$ )99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色~淡黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品はメタノール又は酢酸(100)にやや溶けにくく、水、

14 エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい。

15 融点：約190℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.03gをとり、水20mLを吸収液とし、酸素フラ

18 スコ燃焼法(1.06)により得た検液は硫酸塩の定性反応

19 (1.09)を呈する。

20 (2) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視

21 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品

22 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者

23 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め

24 る。

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の

26 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと

27 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは

28 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品0.6gをろつぽにとり、炭酸ナト

31 リウム試液2.5mLに溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固した

32 後、約500℃に強熱する。残留物を水15mLに溶かし、必要

33 ならばろ過し、薄めた硝酸(3→10)を加えて中性とし、希硝

34 酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験

35 を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに炭酸ナトリウム

36 試液2.5mL、中性とするのに要した量の薄めた硝酸(3→10)、

37 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.015%以下)。

38 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、

39 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

40 下)。

41 (3) 類縁物質 本品0.10gをアンモニア試液のメタノール

42 溶液(1→100)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mL

43 を正確に量り、アンモニア試液のメタノール溶液(1→100)を

44 加えて正確に25mLとする。更にこの液1mLを正確に量り、

45 アンモニア試液のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に

46 20mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロ

47 マトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標

48 準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを

49 用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル

50 /水/アンモニア水(28)混液(90:10:1)を展開溶媒として

51 約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラ

52 ーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素試液を均

53 等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポ

54 ットは4個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

55 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.35gを精密に量り、無水酢酸

58 /酢酸(100)混液(7:3)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で

59 滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、

60 補正する。

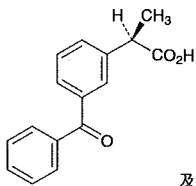
61 0.1mol/L過塩素酸1mL=42.55mg  $C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$

62 貯法 容器 気密容器。

# 1 ケトプロフェン

## 1 ケトプロフェン

### 2 Ketoprofen



及び鏡像異性体

4  $C_{16}H_{14}O_3$  : 254.28

5 (2*RS*)-2-(3-Benzoylphenyl)propanoic acid

6 [22071-15-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ケトプロフェン  
8 ( $C_{16}H_{14}O_3$ )99.0~100.5%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(95)又  
11 はアセトンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

12 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は旋光性を示さない。

13 本品は光によって微黄色になる。

#### 14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(1→200000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
18 のスペクトルは同一波長のところと同様の強度の吸収を認め  
19 る。

20 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
21 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
22 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
23 同一波数のところと同様の強度の吸収を認める。

24 融点(2.60) 94~97°C

#### 25 純度試験

26 (1) 溶状 本品1.0gをアセトン10mLに溶かすとき、液は  
27 澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

28 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液0.6mL及び塩化  
29 鉄(III)の色と比較原液2.4mLの混液に薄めた希塩酸(1→  
30 10)を加えて10mLとした液5.0mLをとり、薄めた希塩  
31 酸(1→10)を加えて100mLとする。

32 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。

35 (3) 類縁物質 本操作はできるだけ光を避け、遮光した容  
36 器を用いて行う。本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料  
37 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
38 確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加え  
39 て正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
40 液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
41 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
42 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得た  
43 ケトプロフェンに対する相対保持時間約1.5及び約0.3のピー  
44 ク面積は、標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の  
45 4.5倍及び2倍より大きくない。また、試料溶液から得たケト  
46 プロフェン、相対保持時間約1.5及び約0.3以外のピークの面

47 積は、標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積より大  
48 きくなく、それらの合計面積は、標準溶液から得たケトプロ  
49 フェンのピーク面積の2倍より大きくない。

#### 50 試験条件

51 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：233nm)

52 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
53 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
54 リカゲルを充てんする。

55 カラム温度：25°C付近の一定温度

56 移動相：リン酸二水素カリウム68.0gを水に溶かし  
57 1000mLとした液にリン酸を加えてpH3.5に調整する。  
58 この液20mLにアセトニトリル430mL及び水550mL  
59 を加える。

60 流量：ケトプロフェンの保持時間が約7分になるように  
61 調整する。

62 面積測定範囲：ケトプロフェンの保持時間の約7倍の範  
63 囲

#### 64 システム適合性

65 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
66 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たケト  
67 プロフェンのピーク面積が、標準溶液のケトプロフェ  
68 ンのピーク面積の9~11%になることを確認する。

69 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
70 操作するとき、ケトプロフェンのピークの理論段数及  
71 びシンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、1.5以  
72 下である。

73 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、ケトプロフェンのピーク  
75 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 60°C, 24時間)。

77 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

78 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、エタノール  
79 (95)25mLに溶かし、水25mLを加え、0.1mol/L水酸化ナト  
80 リウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空  
81 試験を行い、補正する。

82 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=25.43mg  $C_{16}H_{14}O_3$

#### 83 貯法

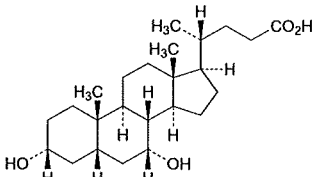
84 保存条件 遮光して保存する。

85 容器 気密容器。

1 ケノデオキシコール酸

1 ケノデオキシコール酸

2 Chenodeoxycholic Acid



4 C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub> : 392.57

5 3α,7α-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid

6 [474-25-9]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ケノデオキシコール酸(C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>)98.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶、結晶性の粉末又は粉末である。

10 本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

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

16 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +11.0~+13.0°(乾燥後, 0.4g, エタノール(99.5), 20mL, 100mm)。

18 融点(2.60) 164~169°C

19 純度試験

20 (1) 塩化物(1.03) 本品0.36gをメタノール30mLに溶かし、希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLにメタノール30mL、希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする(0.1%以下)。

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

28 (3) バリウム 本品2.0gに水100mLを加え、2分間煮沸する。この液に塩酸2mLを加えて2分間煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液が100mLになるまで水で洗う。この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき、液は混濁しない。

32 (4) 類縁物質 本品0.20gをアセトン/水混液(9:1)に溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸10mgをアセトン/水混液(9:1)に溶かし、正確に10mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトン/水混液(9:1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。別にウルソデオキシコール酸10mgをアセトン/水混液(9:1)に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液(2)とする。別に薄層クロマトグラフィー用コール酸10mgをアセトン/水混液(9:1)に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液(3)とする。更に試料溶液1mLを正確に量り、アセトン/水混液(9:1)を加えて正確に20mLとする。この液0.5mL, 1mL, 2mL, 3mL及び5mLずつを正確に量り、それぞれにアセトン/水混液(9:1)を加えて正確に50mLとし、標準溶液A, 標準溶液B, 標準溶液C, 標準溶液D及び標準溶液Eとする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

47 (2.03)により試験を行う。試料溶液, 標準溶液(1), 標準溶液(2), 標準溶液(3), 及び標準溶液A, 標準溶液B, 標準溶液C, 標準溶液D及び標準溶液E 5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に4-メチル-2-ペンタノン/トルエン/ギ酸混液(16:6:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾し、更に120°Cで30分間乾燥する。直ちに、これにリンモリブデン酸n水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を均等に噴霧した後、120°Cで2~3分間加熱するとき、標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液(1)のスポットより濃くない。標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液(2)のスポットより濃くない。標準溶液(3)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液(3)のスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液A, 標準溶液B, 標準溶液C, 標準溶液D及び標準溶液Eから得たスポットと比較するとき、標準溶液Eから得たスポットより濃くなく、その総量は1.5%以下である。

66 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

67 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

68 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール(95)40mL及び水20mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

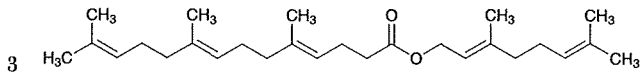
72 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=39.26mg C<sub>24</sub>H<sub>40</sub>O<sub>4</sub>

73 貯法 容器 気密容器。

# 1 ゲファルナート

## 1 ゲファルナート

2 Gefarnate



4  $C_{27}H_{44}O_2$  : 400.64

5 (2E)-3,7-Dimethylocta-2,6-dienyl(4E,8E)-5,9,13-

6 trimethyltetradeca-4,8,12-trienoate

7 [51-77-4, 4E]

8 本品は4位幾何異性体の混合物である。

9 本品は定量するとき、ゲファルナート( $C_{27}H_{44}O_2$ )98.0~  
10 101.0%を含む。

11 性状 本品は淡黄色~黄色の澄明な油状の液である。

12 本品はアセトニトリル、エタノール(99.5)又はシクロヘキ  
13 サンと混和する。

14 本品は水にほとんど溶けない。

15 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
16 液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照ス  
17 ペクトル又はゲファルナート標準品のスペクトルを比較する  
18 とき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の  
19 吸収を認める。

20 比重(2.56)  $d_{20}^{20}$  : 0.906~0.914

21 純度試験

22 (1) 酸 本品1.0gに中和エタノール30mLを加えた後、フ  
23 ェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム  
24 液0.40mLを加えるとき、液の色は赤色である。

25 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
27 下)。

28 (3) 類縁物質 本品のアセトニトリル溶液(1→500)を試料  
29 溶液とする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリルを  
30 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
31 標準溶液2μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
32 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
33 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のゲ  
34 ファルナート以外のピークの面積は、標準溶液のゲファルナ  
35 ートのピーク面積の1/2より大きくない。また、試料溶液  
36 のゲファルナート以外のピークの合計面積は、標準溶液のゲ  
37 ファルナートのピーク面積より大きくない。

38 試験条件

39 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
40 の試験条件を準用する。

41 面積測定範囲：溶媒のピークの後からゲファルナートの  
42 保持時間の約2倍の範囲

43 システム適合性

44 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、アセトニ  
45 リルを加えて正確に20mLとする。この液2μLから得  
46 たゲファルナートのピーク面積が、標準溶液のゲファ  
47 ルナートのピーク面積の7~13%になることを確認す  
48 る。

49 システムの性能：標準溶液2μLにつき、上記の条件で操

50 作するとき、ゲファルナートのピークの理論段数及び  
51 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、0.9~  
52 1.2である。

53 システムの再現性：標準溶液2μLにつき、上記の条件で  
54 試験を6回繰り返すとき、ゲファルナートのピーク面  
55 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

56 異性体比 本品1mLにエタノール(99.5)100mLを加え、試料溶  
57 液とする。試料溶液4μLにつき、次の条件でガスクロマトグ  
58 ラフィー(2.02)により試験を行い、保持時間37分付近に近  
59 接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピー  
60 ク面積 $A_a$ 及び保持時間の大きい方のピーク面積 $A_b$ を測定す  
61 るとき、 $A_a/(A_a+A_b)$ は0.2~0.3である。

62 試験条件

63 検出器：水素炎イオン化検出器

64 カラム：内径3mm、長さ160cmのガラス管に、ガスク  
65 ロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを  
66 シラン処理した149~177μmのガスクロマトグラフィー  
67 用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充てん  
68 する。

69 カラム温度：210℃付近の一定温度

70 キャリヤーガス：窒素

71 流量：ゲファルナートの2つのピークのうち、先に流出  
72 するピークの保持時間が約35分になるように調整す  
73 る。

74 システム適合性

75 システムの性能：試料溶液4μLにつき、上記の条件で操  
76 作するとき、2つのピークの分離度は1.0以上である。

77 システムの再現性：試料溶液4μLにつき、上記の条件で  
78 試験を6回繰り返すとき、2つのピークのうち、先に  
79 流出するピークのピーク面積の相対標準偏差は2.0%  
80 以下である。

81 定量法 本品及びゲファルナート標準品約50mgずつを精密に  
82 量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、アセ  
83 トニトリル20mLを加え、試料溶液及び標準溶液とする。試  
84 料溶液及び標準溶液2μLにつき、次の条件で液体クロマトグ  
85 ラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面  
86 積に対するゲファルナートのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ 求め  
87 る。

88 ゲファルナート( $C_{27}H_{44}O_2$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

89  $M_S$ ：ゲファルナート標準品の秤取量(mg)

90 内標準溶液 リン酸トリス(4-*t*-ブチルフェニル)のアセ  
91 トニトリル溶液(1→400)

92 試験条件

93 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

94 カラム：内径4mm、長さ30cmのステンレス管に10μm  
95 の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカ  
96 ゲルを充てんする。

97 カラム温度：40℃付近の一定温度

98 移動相：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水  
99 /リン酸混液(700 : 300 : 1)

100 流量：ゲファルナートの保持時間が約19分になるよう  
101 に調整する。

## 2 ゲファルナート

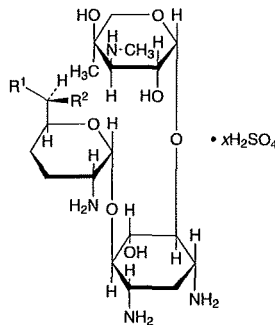
- 102 システム適合性
- 103 システムの性能：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 104 作するとき、内標準物質、ゲファルナートの順に溶出
- 105 し、その分離度は2.0以上である。
- 106 システムの再現性：標準溶液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 107 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に
- 108 対するゲファルナートのピーク面積の比の相対標準偏
- 109 差は1.0%以下である。
- 110 貯法
- 111 保存条件 遮光し、空気を「窒素」で置換して保存する。
- 112 容器 気密容器。

1 ゲンタマイシン硫酸塩

1 ゲンタマイシン硫酸塩

2 Gentamicin Sulfate

3 硫酸ゲンタマイシン



ゲンタマイシン C<sub>1</sub> 硫酸塩 : R<sup>1</sup> = CH<sub>3</sub> R<sup>2</sup> = NHCH<sub>3</sub>

ゲンタマイシン C<sub>2</sub> 硫酸塩 : R<sup>1</sup> = CH<sub>3</sub> R<sup>2</sup> = NH<sub>2</sub>

4 ゲンタマイシン C<sub>1a</sub> 硫酸塩 : R<sup>1</sup> = H R<sup>2</sup> = NH<sub>2</sub>

5 ゲンタマイシン C<sub>1</sub> 硫酸塩 (6R)-2-Amino-2,3,4,6-

6 tetradeoxy-6-methylamino-6-methyl-α-D-erythro-

7 hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-C-methyl-3-

8 methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-

9 streptomine sulfate

10 ゲンタマイシン C<sub>2</sub> 硫酸塩 (6R)-2,6-Diamino-2,3,4,6-

11 tetradeoxy-6-methyl-α-D-erythro-hexopyranosyl-(1→4)-

12 [3-deoxy-4-C-methyl-3-methylamino-β-L-

13 arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptomine sulfate

14 ゲンタマイシン C<sub>1a</sub> 硫酸塩 2,6-Diamino-2,3,4,6-

15 tetradeoxy-α-D-erythro-hexopyranosyl-(1→4)-

16 [3-deoxy-4-C-methyl-3-methylamino-β-L-

17 arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptomine sulfate

18 [1405-41-0, ゲンタマイシン硫酸塩]

19 本品は, *Micromonospora purpurea* 又は *Micromonospora*  
20 *echinospora* の培養によって得られる抗細菌活性を有するア  
21 ミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である。

22 本品は定量するとき, 換算した乾燥物1mg当たり590~  
23 775µg(力価)を含む。ただし, 本品の力価は, ゲンタマイシ  
24 ンC<sub>1</sub>(C<sub>21</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>: 477.60)としての量を質量(力価)で示す。

25 性状 本品は白色~淡黄白色の粉末である。

26 本品は水に極めて溶けやすく, エタノール(99.5)にほとん  
27 ど溶けない。

28 本品は吸湿性である。

29 確認試験

30 (1) 本品50mgを水1mLに溶かし, 1-ナフトールのエタ  
31 ノール(95)溶液(1→500)2滴を加える。この液を硫酸1mLの  
32 上に静かに層積するとき, 境界面は青紫色を呈する。

33 (2) 本品及びゲンタマイシン硫酸塩標準品50mgずつを水  
34 10mLに溶かし, 試料溶液及び標準溶液とする。これらの液  
35 につき, 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
36 試料溶液及び標準溶液20µLずつを薄層クロマトグラフィー  
37 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。別に

38 クロロホルム/アンモニア水(28)/メタノール混液(2:1:  
39 1)を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後, 室温で1時間以上  
40 放置する。この液の下層20mLをとり, メタノール0.5mLを  
41 加えて展開溶媒とし, 約20mm<sup>2</sup>の穴があいている展開用容  
42 器のふたを用い, 容器内にはろ紙を入れずに約17cm展開し  
43 た後, 薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置すると  
44 き, 試料溶液から得た3個の主スポットは, 標準溶液から得  
45 たそれぞれに対応するスポットの色調及びR<sub>f</sub>値と等しい。

46 (3) 本品50mgを水5mLに溶かし, 塩化バリウム試液  
47 0.5mLを加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

48 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>25</sup>: +107~+121°(乾燥物に換算したも  
49 の0.25g, 水, 25mL, 100mm)。

50 pH(2.54) 本品0.20gを水5mLに溶かした液のpHは3.5~  
51 5.5である。

52 成分含量比 本品50mgを水に溶かして10mLとし, 試料溶液  
53 とする。この液につき, 薄層クロマトグラフィー(2.03)に  
54 より試験を行う。試料溶液20µLを薄層クロマトグラフィー  
55 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。別に  
56 クロロホルム/アンモニア水(28)/メタノール混液(2:1:  
57 1)を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後, 室温で1時間以上  
58 放置する。この液の下層20mLをとり, メタノール0.5mLを  
59 加えて展開溶媒とし, 約20mm<sup>2</sup>の穴があいている展開用容  
60 器のふたを用い, 容器内にはろ紙を入れずに約17cm展開し  
61 た後, 薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置する。  
62 呈色後, 薄層板をガラス板で覆い, デンシトメーター(測定  
63 波長450nm)を用いてゲンタマイシンC<sub>1</sub>(R<sub>f</sub>値約0.3)の吸光度  
64 の積分値A<sub>a</sub>、ゲンタマイシンC<sub>2</sub>(R<sub>f</sub>値約0.2)の吸光度の積分値  
65 A<sub>b</sub>及びゲンタマイシンC<sub>1a</sub>(R<sub>f</sub>値約0.1)の吸光度の積分値A<sub>c</sub>  
66 を測定する。次式によりそれぞれの量を求めるとき, ゲンタ  
67 マイシンC<sub>1</sub>は25~55%, ゲンタマイシンC<sub>2</sub>は25~50%; 及び  
68 ゲンタマイシンC<sub>1a</sub>は5~30%である。

69 ゲンタマイシンC<sub>1</sub>の量(%) = A<sub>a</sub> / (A<sub>a</sub> + 1.35A<sub>b</sub> + A<sub>c</sub>) × 100

70 ゲンタマイシンC<sub>2</sub>の量(%)

71 = 1.35A<sub>b</sub> / (A<sub>a</sub> + 1.35A<sub>b</sub> + A<sub>c</sub>) × 100

72 ゲンタマイシンC<sub>1a</sub>の量(%) = A<sub>c</sub> / (A<sub>a</sub> + 1.35A<sub>b</sub> + A<sub>c</sub>) × 100

73 純度試験

74 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき, 液は無色~  
75 微黄色澄明である。

76 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり, 第4法により操作し,  
77 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
78 下)。

79 (3) 類縁物質 本品50mgを水10mLに溶かし, 試料溶液  
80 とする。この液1mLを正確に量り, 水を加えて正確に50mL  
81 とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグ  
82 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
83 20µLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて  
84 調製した薄層板にスポットする。別にクロロホルム/アンモ  
85 ニア水(28)/メタノール混液(2:1:1)を分液漏斗に入れて  
86 よく振り混ぜた後, 室温で1時間以上放置する。この液の下  
87 層20mLをとり, メタノール0.5mLを加えて展開溶媒とし,  
88 約20mm<sup>2</sup>の穴があいている展開用容器のふたを用い, 容器  
89 内にはろ紙を入れずに約17cm展開した後, 薄層板を風乾す  
90 る。これをヨウ素蒸気中に放置する。呈色後, ガラス板で薄

## 2 ゲンタマイシン硫酸塩

- 91 層板を覆い、スポットを比較するとき、試料溶液から得たゲ  
92 ンタマイシン $C_1$ ( $R_f$ 値約0.3)、ゲンタマイシン $C_2$ ( $R_f$ 値約0.2)  
93 及びゲンタマイシン $C_{1a}$ ( $R_f$ 値約0.1)のスポット以外のスポッ  
94 トは、標準溶液から得たゲンタマイシン $C_2$ のスポットより  
95 濃くない。
- 96 乾燥減量 (2.41) 18.0%以下(0.15g, 減圧・0.67kPa以下,  
97 110°C, 3時間。ただし、試料の採取は吸湿を避けて行う)。
- 98 強熱残分 (2.44) 1.0%以下(1g)。
- 99 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
100 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。
- 101 (i) 試験菌 *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228を  
102 用いる。
- 103 (ii) 基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地 ブドウ  
104 糖1.0g, ペプトン6.0g, 肉エキス1.5g, 酵母エキス3.0g, 塩  
105 化ナトリウム10.0g, カンテン15.0g及び水1000mLを混和し,  
106 滅菌する。滅菌後のpHは7.8~8.0とする。
- 107 (iii) 試験菌移植用カンテン培地 培地(2)の2)のiiを用いる。
- 108 (iv) 標準溶液 ゲンタマイシン硫酸塩標準品約25mg(力価)  
109 に対応する量を精密に量り, pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝  
110 液に溶かして正確に25mLとし, 標準原液とする。標準原液  
111 は15°C以下に保存し, 30日以内に使用する。用時, 標準原  
112 液適量を正確に量り, pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加  
113 えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)及び1 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し, 高  
114 濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。
- 115 (v) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量  
116 り, pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に  
117 25mLとする。この液適量を正確に量り, pH8.0の0.1mol/L  
118 リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)及び1 $\mu$ g(力価)を  
119 含む液を調製し, 高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。
- 120 貯法 容器 気密容器。



## 1 ゲンタマイシン硫酸塩点眼液

### 1 ゲンタマイシン硫酸塩点眼液

2 Gentamicin Sulfate Ophthalmic Solution

3 硫酸ゲンタマイシン点眼液

4 本品は水性の点眼剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
6 対応するゲンタマイシン $C_{12}H_{22}N_5O_7$  (477.60)としての  
7 量を含む。

8 製法 本品は「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり、点眼剤の製法  
9 により製する。

10 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

11 確認試験 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」  
12 10mg(力価)に対応する容量をとり、水を加えて5mLとし、  
13 試料溶液とする。別にゲンタマイシン硫酸塩標準品10mg(力  
14 価)に対応する量をとり、水5mLに溶かし、標準溶液とする。  
15 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
16 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマト  
17 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
18 する。次にクロロホルム2容量にアンモニア水(28)1容量及び  
19 メタノール1容量を加えて振り混ぜ、下層を展開溶媒として  
20 約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに0.2%ニンヒ  
21 ドリン・水飽和1-ブタノール試液を均等に噴霧し、100℃  
22 で5分間加熱するとき、試料溶液から得た3個の主スポット  
23 は、標準溶液から得たそれぞれのスポットと色調及びR<sub>f</sub>値  
24 が等しい。

25 pH (2.54) 5.5～7.5

26 不溶性異物 (6.11) 試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子 (6.08) 試験を行うとき、適合する。

28 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、  
29 適合する。

30 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
31 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

32 (i) 試験菌、基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地、  
33 試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は、「ゲンタマイシ  
34 ン硫酸塩」の定量法を準用する。

35 (ii) 試料溶液 本品の「ゲンタマイシン硫酸塩」約  
36 12mg(力価)に対応する容量を正確に量り、pH8.0の  
37 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に約1mg(力価)を含  
38 む液を調製する。この液適量を正確に量り、pH8.0の  
39 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)及び  
40 1 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試  
41 料溶液とする。

42 貯法

43 容器 気密容器。

44 有効期間 製造後24箇月。

## 1 硬化油

### 1 硬化油

#### 2 Hydrogenated Oil

3 本品は魚油又は他の動物性若しくは植物性の脂肪油に水素  
4 を添加して得た脂肪である。

5 性状 本品は白色の塊又は粉末で、特異なおいがあり、味は  
6 緩和である。

7 本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(95)に  
8 極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。ただし、ヒマシ  
9 油に水素を添加して得たものはジエチルエーテルに溶けにく  
10 く、エタノール(95)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶け  
11 ない。

12 酸価 (1.13) 2.0以下。

#### 13 純度試験

14 (1) 水分及び着色度 本品5.0gを水浴上で加熱して溶かす  
15 とき、液は澄明で、水を分離析出しない。また、この液を  
16 10mmの層として観察するとき、無色~わずかに黄色である。

17 (2) アルカリ 本品2.0gに水10mLを加え、水浴上で加温  
18 して溶かし、強く振り混ぜる。冷後、分離した水液にフェノ  
19 ールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は無色である。

20 (3) 塩化物 本品1.5gにエタノール(95)30mLを加え、還  
21 流冷却器を付け、10分間煮沸する。冷後、ろ過し、ろ液  
22 20mLに硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加えると  
23 き、液の混濁は次の比較液より濃くない。

24 比較液：0.01mol/L塩酸1.0mLにエタノール(95)を加えて  
25 20mLとし、硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を  
26 加える。

27 (4) 重金属 本品2.0gに希塩酸5mL及び水10mLを加え、  
28 水浴上で時々振り混ぜながら5分間加熱し、冷後、ろ過し、  
29 ろ液5mLにアンモニア試液を加えてわずかにアルカリ性とし、  
30 硫化ナトリウム試液3滴を加えるとき、液は変化しない。

31 (5) ニッケル 本品5.0gを石英又は磁製のるつぼに量り、  
32 初めは注意して弱く加熱し、炭化した後、強熱して灰化する  
33 (500±20℃)。冷後、塩酸1mLを加え水浴上で蒸発乾固し、  
34 残留物を希塩酸3mLに溶かした後、水7mLを加える。次に  
35 臭素試液1mL及びクエン酸一水和物溶液(1→5)1mLを加え  
36 た後、アンモニア試液5mLを加えてアルカリ性とし、流水  
37 中で冷却する。この液にジメチルグリオキシム試液1mLを  
38 加え、更に水を加えて20mLとし検液とする。検液を5分間  
39 放置するとき、その液の呈する色は次の比較液より濃くない。

40 比較液：塩酸1mLを水浴上で蒸発乾固した後、ニッケル  
41 標準液1mL及び希塩酸3mLを加え、更に水6mLを加え  
42 る。以下検液の調製法と同様に操作し、水を加えて  
43 20mLとした後、5分間放置する。

44 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(5g)。

45 貯法 容器 密閉容器。

## 1 乾燥甲状腺

### 1 乾燥甲状腺

#### 2 Dried Thyroid

3 本品は食用獣の新鮮な甲状腺をとり、結締組織及び脂肪を  
4 除き、すりつぶし、50℃以下で速やかに乾燥した後、粉末  
5 としたもの、又はこれに適当な賦形剤を加えたものである。

6 本品は定量するとき、甲状腺に特異な有機性化合物として  
7 のヨウ素(I : 126.90)0.30~0.35%を含む。

8 性状 本品は淡黄色~灰褐色の粉末で、わずかに特異な肉臭が  
9 ある。

10 確認試験 本品を薄めたホルムアルデヒド液(1→10)で固定し、  
11 ヘマトキシリン試液で10~30分間染色し、水で洗った後、  
12 塩酸1mL及び薄めたエタノール(7→10)99mLの混液中で5~  
13 10秒間弁色し、再び約1時間水で洗う。更にエオシンY溶液  
14 (1→100)で1~5分間染色し、水で洗った後、薄めたエタノ  
15 ール(7→10)で5~10秒間、薄めたエタノール(4→5)で5~10  
16 秒間、薄めたエタノール(9→10)で1~2分間、エタノール  
17 (95)で1~5分間更にエタノール(99.5)で1~5分間の順に脱水  
18 弁色する。キシレンで透徹し、バルサムで封じて鏡検する  
19 き、甲状腺に特異なる胞を構成する上皮細胞の核を認める。

#### 20 純度試験

21 (1) 無機ヨウ化物 本品1.0gに硫酸亜鉛飽和溶液10mLを  
22 加え、5分間振り混ぜてろ過し、ろ液5mLによく振り混ぜな  
23 がらデンプン試液0.5mL、亜硝酸ナトリウム試液4滴及び希  
24 硫酸4滴を加えるとき、液は青色を呈しない。

25 (2) 脂肪 本品1.0gをソックスレー抽出器を用い、ジエチ  
26 ルエーテルで2時間抽出する。ジエチルエーテル抽出液から  
27 ジエチルエーテルを留去し、残留物を105℃で恒量になるま  
28 で乾燥するとき、その量は30mg以下である。

29 乾燥減量 (2.41) 6.0%以下(1g, 105℃, 恒量)。

30 灰分 (5.01) 5.0%以下(0.5g)。

31 定量法 本品約1gを精密に量り、ろつぼに入れ、炭酸カリウ  
32 ム7gを加えてよく混ぜ、ろつぼを台上で静かにたたいて内  
33 容物を密にし、その上部に更に炭酸カリウム10gを加え、再  
34 びたたいて密にする。これを600~700℃に加熱したマッ  
35 プル炉中に入れ、その温度で25分間強熱し、冷後、水20mLを  
36 加え、穏やかに煮沸した後、フラスコにろ過する。残留物に  
37 水20mLを加えて煮沸し、前のフラスコにろ過し、次にろつ  
38 ぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が200mLとなるまで熱  
39 湯で洗い込む。この液に新たに製した臭素試液7mL及び薄  
40 めたリン酸(1→2)40mLを徐々に加えた後、発生するガスが  
41 潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸  
42 し、フラスコの内壁を水で洗い、更に5分間煮沸を続ける。  
43 煮沸時にはしばしば水を補い、液が少なくとも200mLに保  
44 つようにする。冷後、フェノール溶液(1→20)5mLを加え、  
45 再びフラスコの内壁を水で洗い込み、5分間放置した後、こ  
46 れに薄めたリン酸(1→2)2mL及びヨウ化カリウム試液5mL  
47 を加え、直ちに遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリ  
48 ム液で滴定 (2.50) する(指示薬：デンプン試液3mL)。同  
49 様の方法で空試験を行い、補正する。

50 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=0.2115mg I

51 貯法 容器 気密容器。

# 1 乾燥酵母

## 1 乾燥酵母

### 2 Dried Yeast

3 本品は*Saccharomyces*に属する酵母の菌体を乾燥して粉  
4 末としたものである。

5 本品は定量するとき、その1g中にたん白質400mg以上及  
6 びチアミン[チアミン塩化物塩酸塩( $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$  :  
7 337.27)として]100 $\mu$ g以上を含む。

8 性状 本品は淡黄白色～褐色の粉末で、特異なおい及び味が  
9 ある。

10 確認試験 本品は鏡検 (5.01) するとき、長径約6～12 $\mu$ mの円  
11 形又は卵形の単細胞からなる。

### 12 純度試験

13 (1) 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味が無い。  
14 (2) でんぷん 本品にヨウ素試液を加え、これを鏡検  
15 (5.01) するとき、黒紫色に染まる粒子を認めないか、又は  
16 認めてもわずかである。

17 乾燥減量 (2.41) 8.0%以下(1g, 100 $^{\circ}$ C, 8時間)。

18 灰分 (5.01) 9.0%以下(1g)。

### 19 定量法

20 (1) たん白質 本品約50mgを精密に量り、窒素定量法  
21 (1.08) により試験を行う。

22 本品1g中のたん白質の量(mg) =  $N \times 6.25 \times 1/M$

23  $N$ : 窒素(N)の量(mg)

24  $M$ : 本品の秤取量(g)

25 (2) チアミン 本品約1gを精密に量り、希塩酸1mL及び  
26 水80mLを加え、80～85 $^{\circ}$ Cの水浴中でしばしば振り混ぜなが  
27 ら30分間加熱し、冷後、水を加えて正確に100mLとし、10  
28 分間遠心分離する。上澄液4mLを正確に量り、酢酸・酢酸  
29 ナトリウム試液5mL及び酵素試液1mLを正確に加え、45～  
30 50 $^{\circ}$ Cで3時間放置する。この液2mLを正確に量り、カラム  
31 (40～110 $\mu$ mの弱酸性CM-架橋セルロース陽イオン交換体  
32 (H型)2.5mLを内径約1cm、高さ約17cmのクロマトグラフ  
33 ー管に注入して調製したもの)に入れ、1分間に約0.5mLの速  
34 度で流出する。次に少量の水でクロマトグラフー管の内壁  
35 を洗い、更に水10mLで1分間に約1mLの速度でカラムを洗  
36 う。この操作を2回繰り返す。次に薄めたリン酸(1→  
37 50)2.5mLずつを用いて1分間に約0.5mLの速度で2回溶出し、  
38 溶出液を集める。溶出液に内標準溶液1mLを正確に加え、  
39 更に1-オクタンスルホン酸ナトリウム0.01gを加えて溶か  
40 し、試料溶液とする。別にチアミン塩化物塩酸塩標準品(別  
41 途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分 (2.48) を  
42 測定しておく)約15mgを精密に量り、0.001mol/L塩酸試液  
43 に溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、  
44 移動相を加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に  
45 量り、内標準溶液1mLを正確に加え、更に移動相3mLを加  
46 えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液200 $\mu$ Lにつき、  
47 次の条件で液体クロマトグラフー (2.01) により試験を行  
48 い、内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積  
49 の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

50 本品1g中のチアミンの量( $\mu$ g) =  $M_S/M_T \times Q_T/Q_S \times 12.5$

51  $M_S$ : 脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤  
52 取量(mg)

53  $M_T$ : 本品の秤取量(g)

54 内標準溶液 フェナセチン0.01gをアセトニトリルに溶か  
55 し、100mLとする。この液1mLに薄めたアセトニトリ  
56 ル(1→5)を加えて100mLとする。

### 57 操作条件

58 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

59 カラム: 内径約4mm、長さ15～30cmのステンレス管に  
60 5～10 $\mu$ mの液体クロマトグラフー用オクタデシル  
61 シリル化シリカゲルを充てんする。

62 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

63 移動相: リン酸二水素カリウム2.7gを水1000mLに溶か  
64 し、薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する。  
65 この液800mLに1-オクタンスルホン酸ナトリウム  
66 1.6gを溶かし、アセトニトリル200mLを加える。

67 流量: チアミンの保持時間が約8分になるように調整す  
68 る。

69 カラムの選定: 標準溶液200 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
70 作するとき、チアミン、内標準物質の順に溶出し、そ  
71 の分離度が8以上のものを用いる。

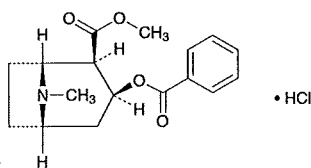
72 貯法 容器 気密容器。

1 コカイン塩酸塩

1 コカイン塩酸塩

2 Cocaine Hydrochloride

3 塩酸コカイン



4

5 C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl : 339.81

6 (1R,2R,3S,5S)-2-Methoxycarbonyl-8-methyl-8-

7 azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl benzoate monohydrochloride

8 [53-21-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、コカイン塩酸塩  
10 (C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸  
13 (100)に溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエー  
14 テルにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫  
17 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、  
19 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
20 認める。また、本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)に  
21 つき、紫外可視吸光度測定法(2.25)により吸収スペクトル  
22 を測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比  
23 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の  
24 強度の吸収を認める。

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

29 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
30 呈する。

31 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -70~-73°(乾燥後, 0.5g, 水,  
32 20mL, 100mm)。

33 純度試験

34 (1) 酸 本品0.5gを水10mLに溶かし、メチルレッド試液  
35 1滴を加え、0.01mol/L水酸化ナトリウム液で中和するとき、  
36 その消費量は1.0mL以下である。

37 (2) シンナミルコカイン 本品0.10gを水5mLに溶かし、  
38 薄めた硫酸(1→20)0.3mL及び0.02mol/L過マンガン酸カリウ  
39 ム液0.10mLを加えるとき、液の赤色は30分以内に消えない。

40 (3) イソアトロピルコカイン 本品0.10gをビーカーにと  
41 り、水30mLに溶かし、この液5mLを試験管に分取し、先の  
42 ビーカーには水30mLを追加し、試験管にはアンモニア試液  
43 1滴を加えて振り混ぜ、沈殿が凝結したとき、水10mLを加  
44 えて先のビーカーに入れ、試験管を水10mLで洗い、洗液は  
45 ビーカーに合わせ、アンモニア試液3滴を加え、穏やかに振  
46 り混ぜるとき、結晶性の沈殿を生じ、次に1時間放置する  
47 とき、上層液は澄明である。

48 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
51 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
52 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
53 補正する。

54 0.1mol/L過塩素酸1mL=33.98mg C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl

55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

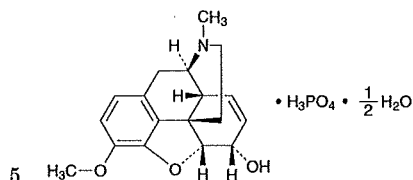
1 コデインリン酸塩水和物

1 コデインリン酸塩水和物

2 Codeine Phosphate Hydrate

3 コデインリン酸塩

4 リン酸コデイン



6  $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$  : 406.37

7 (5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methyl-7,8-

8 didehydromorphinan-6-ol monophosphate hemihydrate

9 [41444-62-6]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、コデインリ  
11 ン酸塩( $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$  : 397.36)98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、メタノール又はエ  
14 タノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶  
15 けない。

16 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である。

17 本品は光によって変化する。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
22 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品を105℃で4時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測  
24 定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品  
25 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
26 のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認め  
27 る。

28 (3) 本品の水溶液(1→20)はリン酸塩の定性反応(1)(1.09)  
29 を呈する。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -98～-102°(脱水物に換算したもの  
31 0.4g, 水, 20mL, 100mm)。

32 純度試験

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

35 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.20gをとり、試験を行う。比較  
36 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下)。

37 (3) 類縁物質 本品0.20gを0.01mol/L塩酸試液/エタノ  
38 ール(99.5)混液(4:1)10mLに溶かし、試料溶液とする。こ  
39 の液1mLを正確に量り、0.01mol/L塩酸試液/エタノール  
40 (99.5)混液(4:1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とす  
41 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)に  
42 より試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層ク  
43 ロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製し  
44 た薄層板にスポットする。次にエタノール(99.5)/トルエン  
45 /アセトン/アンモニア水(28)混液(14:14:7:1)を展開溶  
46 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫

47 外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主ス  
48 ポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃  
49 くない。

50 水分(2.48) 1.5～3.0%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

51 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)70mLに溶かし、  
52 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬: クリスタルバ  
53 イオレット試液3滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色  
54 を経て帯緑青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を  
55 行い、補正する。

56 0.1mol/L過塩素酸1mL=39.74mg  $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$

57 貯法

58 保存条件 遮光して保存する。

59 容器 気密容器。

1 コデインリン酸塩散1%

1 コデインリン酸塩散1%

2 1% Codeine Phosphate Powder

3 リン酸コデイン散1%

4 本品は定量するとき、コデインリン酸塩水和物  
5 ( $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$  : 406.37)0.90~1.10%を含む。

6 製法

コデインリン酸塩水和物	10g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

7 以上をとり、顆粒剤又は散剤の製法により製する。

8 確認試験 本品の水溶液(1→100)につき、紫外可視吸光度測定  
9 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長283~  
10 287nmに吸収の極大を示す。

11 定量法 本品約5gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mL  
12 とする。この液10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正  
13 確に加え、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン(別  
14 途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分(2.48)  
15 を測定しておく)約50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
16 100mLとする。この液10mLを正確に量り、内標準溶液  
17 10mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
18 液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
19 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するコデ  
20 インのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

21 コデインリン酸塩水和物( $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ )の量  
22 (mg)

$$23 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1.023$$

24  $M_S$  : 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量  
25 (mg)

26 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

27 試験条件

28 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 280nm)

29 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
30 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
31 リカゲルを充てんする。

32 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

33 移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
34 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
35 を加えてpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
36 ヒドロフラン70mLを混和する。

37 流量 : コデインの保持時間が約10分になるように調整  
38 する。

39 システム適合性

40 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
41 操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、  
42 その分離度は4以上である。

43 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
44 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
45 に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は  
46 1.0%以下である。

47 貯法 容器 気密容器。

1 コデインリン酸塩散10%

48 貯法 容器 気密容器.

1 コデインリン酸塩散10%

2 10% Codeine Phosphate Powder

3 リン酸コデイン散10%

4 本品は定量するとき、コデインリン酸塩水和物  
5 ( $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ : 406.37)9.3~10.7%を含む。

6 製法

コデインリン酸塩水和物	100g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

7 以上をとり、散剤の製法により製する。

8 確認試験 本品の水溶液(1→1000)につき、紫外可視吸光度測  
9 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長283  
10 ~287nmに吸収の極大を示す。

11 定量法 本品約2.5gを精密に量り、水に溶かし、正確に  
12 100mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液  
13 10mLを正確に加えた後、水を加えて20mLとし、試料溶液  
14 とする。別に定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸  
15 塩水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
16 50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
17 の液10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、  
18 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の  
19 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
20 内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比  
21  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

22 コデインリン酸塩水和物( $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ )の量  
23 (mg)

$$24 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.023$$

25  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量  
26 (mg)

27 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

28 試験条件

29 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 280nm)

30 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
31 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
32 リカゲルを充てんする。

33 カラム温度: 40℃付近の一定温度

34 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
35 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
36 を加えてpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
37 ヒドロフラン70mLを混和する。

38 流量: コデインの保持時間が約10分になるように調整  
39 する。

40 システム適合性

41 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、  
43 その分離度は4以上である。

44 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
45 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
46 に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は  
47 1.0%以下である。



1 コデインリン酸塩錠

1 コデインリン酸塩錠

2 Codeine Phosphate Tablets

3 リン酸コデイン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 コデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O：  
6 406.37)を含む。

7 製法 本品は「コデインリン酸塩水和物」をとり、錠剤の製法  
8 により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「コデインリン酸塩  
10 水和物」0.1gに対応する量を取り、水20mLを加えて振り混  
11 ぜ、ろ過する。ろ液2mLに水を加えて100mLとした液につ  
12 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
13 測定するとき、波長283~287nmに吸収の極大を示す。

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

16 本品1個をとり、水3V/25mLを加えて崩壊させた後、薄  
17 めた希硫酸(1→20)2V/25mLを加えて、10分間超音波処理  
18 する。これに内標準溶液2V/25mLを正確に加え、1mL中  
19 にコデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O)約  
20 0.2mgを含む液となるように水を加えてV mLとした後、ろ  
21 過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン  
22 (別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分  
23 (2.48)を測定しておく)約50mgを精密に量り、水に溶かし  
24 正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、内標準溶  
25 液2mLを正確に加え、水を加えて25mLとし、標準溶液とす  
26 る。以下定量法を準用する。

27 コデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O)の量  
28 (mg)

29 
$$=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250 \times 1.023$$

30 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量  
31 (mg)

32 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(3→2000)

33 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
34 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
35 80%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中にコデインリン酸塩水和  
40 物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O)約5.6µgを含む液となるよう  
41 に水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定  
42 量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と同  
43 様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約28mgを精密に量  
44 り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確  
45 に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
46 試料溶液及び標準溶液100µLずつを正確にとり、次の条件で  
47 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
48 れの液のコデインのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

49 コデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O)の表  
50 示量に対する溶出率(%)

51 
$$=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18 \times 1.023$$

52 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量  
53 (mg)

54 C: 1錠中のコデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・  
55 H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

56 試験条件

57 定量法の試験条件を準用する。

58 システム適合性

59 システムの性能: 標準溶液100µLにつき、上記の条件で  
60 操作するとき、コデインのピークの理論段数及びシン  
61 メトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下であ  
62 る。

63 システムの再現性: 標準溶液100µLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、コデインのピーク面積の  
65 相対標準偏差は2.0%以下である。

66 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
67 とする。コデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½  
68 H<sub>2</sub>O)約0.1gに対応する量を精密に量り、水30mLを加えて振  
69 り混ぜた後、薄めた希硫酸(1→20)20mLを加えて、10分間  
70 超音波を照射し、水を加えて正確に100mLとする。この液  
71 をろ過し、ろ液5mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確  
72 に加えた後、水を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に  
73 定量用リン酸コデイン(別途「コデインリン酸塩水和物」と  
74 同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約50mgを精密に  
75 量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正  
76 確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、標準溶液とする。  
77 試料溶液及び標準溶液20µLにつき、次の条件で液体クロマ  
78 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
79 ク面積に対するコデインのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め  
80 る。

81 コデインリン酸塩水和物(C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub>・H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>・½H<sub>2</sub>O)の量  
82 (mg)

83 
$$=M_S \times Q_T / Q_S \times 2 \times 1.023$$

84 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量  
85 (mg)

86 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

87 試験条件

88 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280nm)

89 カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5µm  
90 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
91 リカゲルを充てんする。

92 カラム温度: 40°C付近の一定温度

93 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
94 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
95 を加えてpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
96 ヒドロフラン70mLを混和する。

97 流量: コデインの保持時間が約10分になるように調整  
98 する。

99 システム適合性

100 システムの性能: 標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
101 操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、

## 2 コデインリン酸塩錠

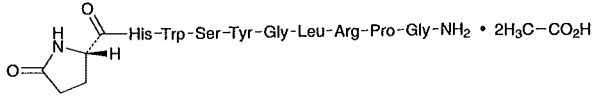
- 102 その分離度は4以上である。
- 103 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 104 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 105 に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は
- 106 1.0%以下である。
- 107 貯法 容器 気密容器。

1 ゴナドレリン酢酸塩

1 ゴナドレリン酢酸塩

2 Gonadorelin Acetate

3 酢酸ゴナドレリン



5 C<sub>55</sub>H<sub>75</sub>N<sub>17</sub>O<sub>13</sub> · 2C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub> : 1302.39

6 5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-tryptophyl-L-seryl-L-tyrosyl-  
7 glycylyl-L-leucyl-L-arginyl-L-prolyl-glycinamide

8 diacetate

9 [34973-08-5]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ゴナドレリン酢酸塩(C<sub>55</sub>H<sub>75</sub>N<sub>17</sub>O<sub>13</sub> · 2C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)96.0~102.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄色の粉末で、においはないか、又はわずかに酢酸臭がある。

14 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくい。

16 本品は吸湿性である。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

28 (3) 本品20mgをエタノール(99.5)0.5mLに溶かし、硫酸29 1mLを加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。  
30 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>: -53.0~-57.0°(脱水物に換算した  
31 もの0.1g, 薄めた酢酸(100)(1→100), 10mL, 100mm)。

32 pH(2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.8~  
33 5.8である。

34 構成アミノ酸 本品10mgを加水分解用試験管にとり、塩酸  
35 0.5mL及びメルカプト酢酸溶液(2→25)0.5mLを加えて溶か  
36 し、試験管の上部を融封し、110°Cで5時間加熱する。冷後、  
37 開封し、加水分解液をピーカーに移し、水浴上で蒸発乾固す  
38 る。残留物に0.02mol/L塩酸試液100mLを正確に加えて溶か  
39 し、試料溶液とする。別に105°Cで3時間乾燥したL-セリン  
40 0.105g, L-グルタミン酸0.147g, L-プロリン0.115g, グ  
41 リシン75mg, L-ロイシン0.131g, L-チロジン0.181g, L  
42 -ヒスチジン塩酸塩一水和物0.210g, L-トリプトファン  
43 0.204g及び塩酸L-アルギニン0.211gを正確に量り、1mol/L  
44 塩酸試液50mLを加えて溶かし、水を加えて正確に1000mL  
45 とする。この液10mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を  
46 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
47 標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
48 グラフィー(2.01)により試験を行うとき、試料溶液から得

49 たクロマトグラムには構成する9種のアミノ酸のピークを認  
50 める。また、それぞれの構成するアミノ酸のアルギニンに対  
51 するモル比を求めるとき、セリン及びトリプトファンは0.7  
52 ~1.0, プロリンは0.8~1.2, グルタミン酸, ロイシン, チ  
53 ロジン及びヒスチジンは0.9~1.1並びにグリシンは1.8~2.2  
54 である。

55 試験条件

56 検出器: 可視吸光度計(測定波長: 440nm(プロリン)  
57 及び570nm(プロリン以外のアミノ酸))

58 カラム: 内径4mm, 長さ8cmのステンレス管に5μmの  
59 ポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマト  
60 グラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする。

61 カラム温度: 57°C付近の一定温度

62 化学反応槽温度: 130°C付近の一定温度

63 移動相: 移動相A, 移動相B, 移動相C及び移動相Dを次  
64 の表に従って調製する。

	移動相の組成			
	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	26.67g	—
水酸化ナトリウム塩化ナトリウム	—	—	—	8.00g
クエン酸一水和物	5.66g	7.07g	54.35g	—
エタノール(99.5)	19.80g	22.00g	6.10g	—
ベンジルアルコール	130mL	20mL	—	100mL
チオジグリコール	—	—	5mL	—
ラウロマクロゴールのジエチルエーテル溶液(1→4)	5mL	5mL	—	—
カプリル酸	4mL	4mL	4mL	4mL
水	0.1mL	0.1mL	0.1mL	0.1mL
全量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

65 移動相の送液: 移動相A, 移動相B, 移動相C及び移動  
66 相Dの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)	移動相C(vol%)	移動相D(vol%)
0 ~ 9	100	0	0	0
9 ~ 25	0	100	0	0
25 ~ 61	0	100 → 0	0 → 100	0
61 ~ 76	0	0	100	0
76 ~ 96	0	0	0	100

67 反応試薬: 酢酸リチウム二水和物204gを水336mLに溶  
68 かした後、酢酸(100)123mL及び1-メトキシ-2-ブ  
69 ロパノール401mLを加えて、A液とする。別に、ニン  
70 ヒドリソリン39g及び水素化ホウ素ナトリウム81mgを1-  
71 メトキシ-2-ブプロパノール979mLに溶かし、B液と  
72 する。A液及びB液を等量ずつ用時混和する。

73 移動相流量: 毎分0.25mL

74 反応試薬流量: 毎分0.3mL

75 システム適合性

76 システムの性能: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
77 操作するとき、セリン, グルタミン酸, プロリン, グ  
78 リシン, ロイシン, チロジン, ヒスチジン, トリプト  
79 ファン, アルギニンの順に溶出し、それぞれのピーク  
80 は分離する。

81 純度試験

## 2 ギナドレリン酢酸塩

82	(1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は澄明	134	の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
83	である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法	135	リカゲルを充てんする。
84	(2.24)により試験を行うとき、波長350nmにおける吸光度	136	カラム温度：40℃付近の一定温度
85	は0.10以下である。	137	移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液
86	(2) 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし、試料	138	／アセトニトリル混液(90：17)
87	溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正	139	流量：ギナドレリンの保持時間が約13分になるように
88	確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液	140	調整する。
89	10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ	141	システム適合性
90	ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク	142	システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で
91	面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のギナドレ	143	操作するとき、ギナドレリン、内標準物質の順に溶出
92	リン以外のピーク的面積は、標準溶液のギナドレリンのピー	144	し、その分離度は3以上である。
93	ク面積の1/5より大きくない。また、試料溶液のギナドレ	145	システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件
94	リン以外のピークの合計面積は、標準溶液のギナドレリンの	146	で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
95	ピーク面積の3/5より大きくない。	147	に対するギナドレリンのピーク面積の比の相対標準偏
96	試験条件	148	差は1.5%以下である。
97	検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法	149	貯法
98	の試験条件を準用する。	150	保存条件 遮光して保存する。
99	面積測定範囲：溶媒のピークの後からギナドレリンの保	151	容器 気密容器。
100	持時間の約2.5倍の範囲		
101	システム適合性		
102	検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加		
103	えて正確に100mLとする。この液10μLから得たギナ		
104	ドレリンのピーク面積が、標準溶液のギナドレリンの		
105	ピーク面積の1～3%になることを確認する。		
106	システムの性能：本品4mgを移動相に溶かし、フェナセ		
107	チンのアセトニトリル溶液(1→1000)5mLを加えた後、		
108	移動相を加えて50mLとする。この液10μLにつき、		
109	上記の条件で操作するとき、ギナドレリン、フェナセ		
110	チンの順に溶出し、その分離度は3以上である。		
111	システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件		
112	で試験を6回繰り返すとき、ギナドレリンのピーク面		
113	積の相対標準偏差は5%以下である。		
114	水分(2.48) 8.0%以下(0.15g、容量滴定法、直接滴定)。		
115	強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.1g)。		
116	定量法 本品及びギナドレリン酢酸塩標準品(別途本品と同様		
117	の方法で水分(2.48)を測定しておく)約20mgずつを精密に		
118	量り、それぞれを薄めた酢酸(100)(1→1000)に溶かし、正確		
119	に25mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに		
120	内標準溶液5mLずつを正確に加えた後、水を加えて25mLと		
121	し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液		
122	10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に		
123	より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するギナドレ		
124	リンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。		
125	ギナドレリン酢酸塩( $C_{55}H_{75}N_{17}O_{13} \cdot 2C_2H_4O_2$ )の量(mg)		
126	$= M_S \times Q_T / Q_S$		
127	$M_S$ ：脱水物に換算したギナドレリン酢酸塩標準品の秤取		
128	量(mg)		
129	内標準溶液 フェナセチンの水／アセトニトリル混液(3：		
130	2)溶液(1→1000)		
131	試験条件		
132	検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)		
133	カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm		

1 ゴマ油

1 ゴマ油

2 Sesame Oil

3 OLEUM SESAMI

4 本品はゴマ *Sesamum indicum* Linné (*Pedaliaceae*)の種子  
5 から得た脂肪油である。

6 性状 本品は微黄色澄明の油で、においはないか又はわずかに  
7 特異なにおいがあり、味は緩和である。

8 本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する。

9 本品はエタノール(95)に溶けにくい。

10 本品は0～-5℃で凝固する。

11 脂肪酸の凝固点：20～25℃

12 確認試験 本品1mLに白糖0.1g及び塩酸10mLを加え、30秒間

13 振り混ぜるとき、酸層は淡赤色となり、放置するとき、赤色  
14 に変わる。

15 比重 (1.13)  $d_{25}^{25}$  : 0.914～0.921

16 酸価 (1.13) 0.2以下。

17 けん化価 (1.13) 187～194

18 不けん化物 (1.13) 2.0%以下。

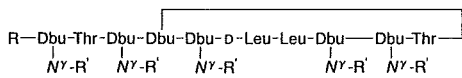
19 ヨウ素価 (1.13) 103～118

20 貯法 容器 気密容器。

1 コリスチンメタンサルホン酸ナトリウム

1 コリスチンメタンサルホン酸ナトリウム

2 Colistin Sodium Methanesulfonate



コリスチンAメタンサルホン酸ナトリウム : R=6-メチルオクタン酸  
 Dbu=L- $\alpha,\gamma$ -ジアミノブタン酸  
 R' =  $\text{SO}_3\text{Na}$

コリスチンBメタンサルホン酸ナトリウム : R=6-メチルヘプタン酸  
 Dbu=L- $\alpha,\gamma$ -ジアミノブタン酸  
 R' =  $\text{SO}_3\text{Na}$

3

4 [8068-28-8, コリスチンメタンサルホン酸ナトリウム]

5 本品は、コリスチンの誘導体のナトリウム塩である。

6 本品はコリスチンAメタンサルホン酸ナトリウム及びコリスチンBメタンサルホン酸ナトリウムの混合物である。

7 本品を乾燥したものは、定量するとき1mg当たり11500単位以上を含む。ただし、本品の力価は、コリスチンA(R=6-メチルオクタン酸, R'=H, C<sub>53</sub>H<sub>100</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub>: 1169.46)としての量を単位で示す。

12 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

13 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品20mgを水2mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液0.5mLを加え、振り混ぜながら硫酸銅(II)試液5滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

19 (2) 本品40mgを1mol/L塩酸試液1mLに溶かし、希ヨウ素試液0.5mLを加えるとき、ヨウ素液の色は消失する。

21 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコリスチンメタンサルホン酸ナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

27 pH(2.54) 本品0.1gを水10mLに溶かし、30分間放置したときのpHは6.5～8.5である。

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.16gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

32 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以下)。

35 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第4法により調製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (4) 遊離コリスチン 本品80mgを水3mLに溶かし、ケイタングステン酸二十六水和物溶液(1→10)0.05mLを加え、直ちにプラスチック製医薬品容器試験法(7.02)の参照乳濁液と比較するとき、比較液より濃くない(0.25%以下)。

41 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(0.1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

42 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法(4.02)の円筒平板法により試験を行う。

44 (i) 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる。

45 (ii) 培地 ペプトン10.0g, 塩化ナトリウム30.0g, 肉エキス3.0g及びカンテン20.0gをとり、水1000mLを加え、水酸化ナトリウム試液を用いて滅菌後のpHが6.5～6.6となるように調整した後、滅菌し、種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする。

50 (iii) 標準溶液 コリスチンメタンサルホン酸ナトリウム標準品を乾燥し、その適量を精密に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし、1mL中に100000単位を含む液を調製し、標準原液とする。標準原液は、10°C以下に保存し、7日以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含むように薄め、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

57 (iv) 試料溶液 本品を乾燥し、その適量を精密に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし、1mL中に約100000単位を含む液を調製し、試料原液とする。試料原液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含むように薄め、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

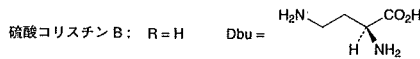
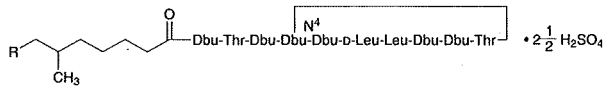
63 貯法 容器 気密容器。

1 コリスチン硫酸塩

1 コリスチン硫酸塩

2 Colistin Sulfate

3 硫酸コリスチン



5 硫酸コリスチン A C<sub>53</sub>H<sub>100</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub> · 2½H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 1414.66

6 硫酸コリスチン B C<sub>52</sub>H<sub>98</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub> · 2½H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 1400.63

7 [1264-72-8]

8 本品は、*Bacillus polymyxa* var. *colistinus*の培養によつて得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である。

11 本品を乾燥したものは定量するとき、1mg当たり16000単位以上を含む。ただし、本品の力価は、コリスチン A(C<sub>53</sub>H<sub>100</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub> : 1169.46)としての量を単位で示し、その1単位はコリスチン A(C<sub>53</sub>H<sub>100</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub>)0.04µgに対応する。

15 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

16 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

18 本品は吸湿性である。

19 確認試験

20 (1) 本品20mgを水2mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液0.5mLを加え、振り混ぜながら硫酸銅(II)試液5滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

23 (2) 本品50mgを薄めた塩酸(1→2)10mLに溶かし、この液1mLを加水分解用試験管に密封し、135°Cで5時間加熱する。冷後、開封し、塩酸臭がなくなるまで蒸発乾固し、残留物を水0.5mLに溶かし、試料溶液とする。別にL-ロイシン、L-トレオニン、フェニルアラニン及びL-セリン20mgずつを量り、それぞれを水に溶かして10mLとし、標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)1µLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/酢酸(100)/水/ピリジン/エタノール(99.5)混液(60 : 15 : 10 : 6 : 5)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を105°Cで10分間乾燥する。これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後、110°Cで5分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポットの数は3個で、試料溶液から得た2個の主スポットのR<sub>f</sub>値は、標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR<sub>f</sub>値と等しく、試料溶液から得た上記の主スポット以外の主スポットのR<sub>f</sub>値は0.1である。また、試料溶液から得たスポットには標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞれのスポットに対応するスポットを認めない。

45 (3) 本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応(1)(1.09)を

46 呈する。

47 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -63~-73°(乾燥後、1.25g、水、25mL、100mm)。

49 pH(2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0~6.0である。

51 純度試験

52 (1) 硫酸 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、水に溶かし、アンモニア水(28)を加えてpH11に調整した後、水を加えて100mLとする。この液に0.1mol/L塩化バリウム液10mLを正確に加え、更にエタノール(99.5)50mLを加えて0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定(2.50)するとき、硫酸(SO<sub>4</sub>)の量は16.0~18.0%である(指示薬 : フタレインパープル0.5mg)。ただし、滴定の終点は、液の青紫色が無色に変わるときとする。

60 0.1mol/L塩化バリウム液1mL=9.606mg SO<sub>4</sub>

61 (2) 類縁物質 本品50mgを水10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液1µLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、ピリジン/1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(6 : 5 : 4 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を100°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後、100°Cで約20分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

73 乾燥減量(2.41) 6.0%以下(1g、減圧、60°C、3時間)。

74 強熱残分(2.44) 1.0%以下(1g)。

75 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法(4.02)の円筒平板法により試験を行う。

77 (i) 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる。

78 (ii) 培地 ペプトン10.0g、塩化ナトリウム30.0g、肉エキス3.0g及びカンテン15.0gを水1000mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて滅菌後のpHが6.5~6.6となるように調整した後、滅菌し、種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする。

83 (iii) 標準溶液 コリスチン硫酸塩標準品を乾燥し、その約1000000単位に対応する量を精密に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に10mLとし、標準原液とする。標準原液は10°C以下に保存し、7日以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

90 (iv) 試料溶液 本品を乾燥し、その約1000000単位に対応する量を精密に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に10mLとする。この液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10000単位及び2500単位を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

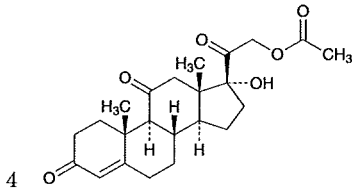
95 貯法 容器 気密容器。

1 コルチゾン酢酸エステル

1 コルチゾン酢酸エステル

2 Cortisone Acetate

3 酢酸コルチゾン



5 C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>6</sub> : 402.48

6 17,21-Dihydroxypregn-4-ene-3,11,20-trione 21-acetate

7 [50-04-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、コルチゾン酢酸エ  
9 テル(C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>6</sub>)97.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(99.5)に  
12 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 融点：約240℃(分解)。

14 確認試験

15 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加え、しばらく放置するとき、  
16 帯黄緑色を呈し、徐々に黄だいたい色に変わる。紫外線を照  
17 射するとき、液は淡緑色の蛍光を発する。この液に注意して  
18 水10mLを加えるとき、退色し、澄明となる。

19 (2) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視  
20 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
21 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコルチゾン酢酸エ  
22 ステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを  
23 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
24 の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
27 本品の参照スペクトル又は乾燥したコルチゾン酢酸エステル  
28 標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
29 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これら  
30 のスペクトルに差を認めるときは、本品及びコルチゾン酢酸  
31 エステル標準品をアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、  
32 残留物につき、同様の試験を行う。

33 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +207~+216°(乾燥後, 0.1g, メタ  
34 ノール, 10mL, 100mm)。

35 純度試験 類縁物質 本品25mgをアセトニトリル/水/酢酸  
36 (100)混液(70 : 30 : 1)10mLに溶かし、試料溶液とする。こ  
37 の液1mLを正確に量り、アセトニトリル/水/酢酸(100)混  
38 液(70 : 30 : 1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
39 試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり、次の条件で  
40 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
41 れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、  
42 試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの面積は、  
43 標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の1/2よ  
44 り大きくない。また、試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以  
45 外のピークの合計面積は、標準溶液のコルチゾン酢酸エステ  
46 ルのピーク面積の1.5倍より大きくない。

47 試験条件

48 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

49 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
50 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
51 リカゲルを充てんする。

52 カラム温度：25℃付近の一定温度

53 移動相A：水/アセトニトリル混液(7 : 3)

54 移動相B：アセトニトリル/水混液(7 : 3)

55 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
56 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 5	90	10
5 ~ 25	90 → 10	10 → 90
25 ~ 30	10	90

57 流量：毎分1mL

58 面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルチゾン酢酸エ  
59 ステルの保持時間の約3倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、アセトニト  
62 リル/水/酢酸(100)混液(70 : 30 : 1)を加えて正確に  
63 10mLとする。この液15μLから得たコルチゾン酢酸  
64 エステルのピーク面積が、標準溶液のコルチゾン酢酸  
65 エステルのピーク面積の8~12%になることを確認す  
66 る。

67 システムの性能：試料溶液15μLにつき、上記の条件で  
68 操作するとき、コルチゾン酢酸エステルのピークの理  
69 論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ10000段以  
70 上、1.3以下である。

71 システムの再現性：標準溶液15μLにつき、上記の条件  
72 で試験を3回繰り返すとき、コルチゾン酢酸エステル  
73 のピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である。

74 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.5g, 105℃, 3時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

76 定量法 本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し、そ  
77 の約10mgずつを精密に量り、それぞれをメタノール50mL  
78 に溶かし、次に内標準溶液5mLずつを正確に加えた後、メ  
79 タノールを加えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液とす  
80 る。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体ク  
81 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質の  
82 ピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の  
83 比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

84 コルチゾン酢酸エステル(C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

86  $M_S$  : コルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

87 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
88 (3→5000)

89 試験条件

90 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

91 カラム：内径4.6mm、長さ30cmのステンレス管に  
92 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
93 ル化シリカゲルを充てんする。

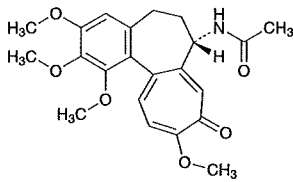


## 2 コルチゾン酢酸エステル

- 94 カラム温度：25℃付近の一定温度  
95 移動相：水／アセトニトリル混液(13：7)  
96 流量：コルチゾン酢酸エステルの保持時間が約12分にな  
97 るように調整する。  
98 システム適合性  
99 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
100 操作するとき、コルチゾン酢酸エステル、内標準物質  
101 の順に溶出し、その分離度は4以上である。  
102 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
103 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
104 に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の  
105 相対標準偏差は1.0%以下である。  
106 貯法 容器 気密容器。

## 1 コルヒチン

## 2 Colchicine



3

4 C<sub>22</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>6</sub> : 399.44

5 N-[(7S)-(1,2,3,10-Tetramethoxy-9-oxo-

6 5,6,7,9-tetrahydrobenzo[a]heptalen-7-yl)]acetamide

7 [64-86-8]

8 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱酢酸エチル物に  
9 対し、コルヒチン(C<sub>22</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>6</sub>)97.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は帯黄白色の粉末である。

11 本品はメタノールに極めて溶けやすく、N,N-ジメチルホ  
12 ルムアミド、エタノール(95)又は無水酢酸に溶けやすく、水  
13 にやや溶けにくい。

14 本品は光によって着色する。

## 15 確認試験

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

21 (2) 本品のメタノール溶液(1→50)0.5mLを赤外吸収スペ  
22 クトル用臭化カリウム1gに加え、よくすり混ぜた後、80℃  
23 で1時間減圧乾燥したものにつき、赤外吸収スペクトル測定  
24 法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品の  
25 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
26 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -235~-250°(脱水及び脱酢酸エチ  
28 ル物に換算したものの0.1g, エタノール(95), 10mL,  
29 100mm)。

## 30 純度試験

31 (1) コルヒチン 本品0.10gを水10mLに溶かし、その  
32 5mLに塩化鉄(III)試液2滴を加えるとき、液は明らかに認め  
33 られる緑色を帯びない。

34 (2) 酢酸エチル及びクロロホルム 本品約0.6gを精密に量  
35 り、内標準溶液2mLを正確に加えて溶かし、更にN,N-ジ  
36 メチルホルムアミドを加えて10mLとし、試料溶液とする。

37 別にN,N-ジメチルホルムアミド約20mLを入れた100mLの  
38 メスフラスコを用い、クロロホルム0.30gを量り、N,N-ジ  
39 メチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする。この液  
40 2mLを正確に量り、N,N-ジメチルホルムアミドを加えて  
41 正確に200mLとし、標準溶液(1)とする。次にN,N-ジメチ  
42 ルホルムアミド約20mLを入れた100mLのメスフラスコを用  
43 い、酢酸エチル約1.8gを精密に量り、N,N-ジメチルホルム  
44 アミドを加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に  
45 量り、内標準溶液2mLを正確に加え、N,N-ジメチルホル  
46 ムアミドを加えて10mLとし、標準溶液(2)とする。試料溶液、

47 標準溶液(1)及び標準溶液(2)2μLずつを正確にとり、次の条  
48 件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。試  
49 料溶液のクロロホルムのピーク面積は、標準溶液(1)のクロ  
50 ロホルムのピーク面積より大きくない。また、試料溶液及び  
51 標準溶液(2)の内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチル  
52 のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。次式により酢酸エチ  
53 ルの量を求めるとき、6.0%以下である。

54 酢酸エチル(C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)の量(%) =  $M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 2$ 55 M<sub>S</sub> : 酢酸エチルの秤取量(g)56 M<sub>T</sub> : 本品の秤取量(g)

57 内標準溶液 1-プロパノールのN,N-ジメチルホルムア  
58 ミド溶液(3→200)

## 59 試験条件

60 検出器 : 水素炎イオン化検出器

61 カラム : 内径0.53mm, 長さ30mのフューズドシリカ管  
62 の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリ  
63 コール20Mを厚さ1.0μmで被覆する。

64 カラム温度 : 60℃を7分間、必要ならば、その後毎分  
65 40℃で100℃になるまで昇温し、100℃を10分間保持  
66 する。

67 注入口温度 : 130℃付近の一定温度

68 検出器温度 : 200℃付近の一定温度

69 キャリヤーガス : ヘリウム

70 流量 : 酢酸エチルの保持時間が約3分になるように調整  
71 する。

72 スプリット比 : 1 : 20

## 73 システム適合性

74 検出の確認 : 標準溶液(2)2mLを正確に量り、N,N-ジ  
75 メチルホルムアミドを加えて正確に25mLとする。こ  
76 の液1mLを正確に量り、N,N-ジメチルホルムアミ  
77 ドを加えて正確に50mLとする。この液2μLから得た  
78 酢酸エチルのピーク面積が、標準溶液(2)の酢酸エチ  
79 ルのピーク面積の0.11~0.21%になることを確認する。

80 システムの性能 : クロロホルム1mLをとり、N,N-ジ  
81 メチルホルムアミドを加えて10mLとする。この液  
82 1mL及び酢酸エチル2mLをとり、N,N-ジメチルホ  
83 ルムアミドを加えて100mLとする。この液2mLをと  
84 り、内標準溶液2mLを加え、N,N-ジメチルホルム  
85 アミドを加えて10mLとする。この液2μLにつき、上  
86 記の条件で操作するとき、酢酸エチル、クロロホルム、  
87 内標準物質の順に流出し、クロロホルムと内標準物質  
88 の分離度は2.0以上である。

89 システムの再現性 : 標準溶液(2)2μLにつき、上記の条  
90 件で試験を3回繰り返すとき、内標準物質のピーク面  
91 積に対する酢酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏  
92 差は3.0%以下である。

93 (3) 類縁物質 本品60mgを薄めたメタノール(1→  
94 2)100mLに溶かす。この液1mLを正確に量り、薄めたメタ  
95 ノール(1→2)を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。  
96 試料溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
97 (2.01)により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を  
98 自動積分法により測定し、面積百分率法によりコルヒチン以

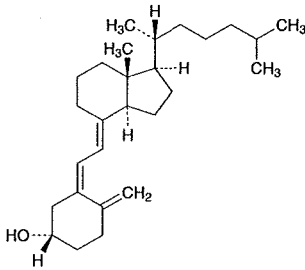
## 2 コルヒチン

- 99 外のピークの合計量を求めるとき、5.0%以下である。
- 100 試験条件
- 101 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)
- 102 カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m
- 103 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ
- 104 ゲルを充てんする。
- 105 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 106 移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液450mLに
- 107 メタノールを加えて1000mLとする。この液に薄めた
- 108 リン酸(7→200)を加えてpH5.5に調整する。
- 109 流量：コルヒチンの保持時間が約7分になるように調整
- 110 する。
- 111 面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルヒチンの保持
- 112 時間の約2倍の範囲
- 113 システム適合性
- 114 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，薄めたメタ
- 115 ノール(1→2)を加えて正確に50mLとする。この液
- 116 20 $\mu$ Lから得たコルヒチンのピーク面積が，試料溶液
- 117 のコルヒチンのピーク面積の1.4～2.6%になることを
- 118 確認する。
- 119 システムの性能：試料溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で
- 120 操作するとき，コルヒチンのピークの理論段数及びシ
- 121 ンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下で
- 122 ある。
- 123 システムの再現性：試料溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件
- 124 で試験を6回繰り返すとき，コルヒチンのピーク面積
- 125 の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 126 水分 (2.48) 2.0%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)。
- 127 定量法 本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸25mLに溶かし，
- 128 0.05mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様
- 129 の方法で空試験を行い，補正する。
- 130 0.05mol/L過塩素酸1mL=19.97mg C<sub>22</sub>H<sub>25</sub>NO<sub>6</sub>
- 131 貯法
- 132 保存条件 遮光して保存する。
- 133 容器 気密容器。

1 コレカルシフェロール

2 Cholecalciferol

3 ビタミンD<sub>3</sub>



5 C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O : 384.64

6 (3*S*,5*Z*,7*E*)-9,10-Secosteroid-5,7,10(19)-trien-3-ol

7 [67-97-0]

8 本品は定量するとき、コレカルシフェロール  
9 (C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O)97.0~103.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶で、においはない。

11 本品はエタノール(95)、クロロホルム、ジエチルエーテル  
12 又はイソオクタンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 本品は空気又は光によって変化する。

14 融点：84~88℃ 本品を毛細管に入れ、デシケーター(減  
15 圧・2.67kPa以下)で3時間乾燥した後、毛細管を直ちに融封  
16 し、予想した融点の約10℃下の温度に加熱した浴中に入れ、  
17 1分間に3℃上昇するように加熱し、測定する。

18 確認試験

19 (1) 本品0.5mgをクロロホルム5mLに溶かし、無水酢酸  
20 0.3mL及び硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき、液は赤色を  
21 呈し、直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトル又はコレカルシフェロール標準品のスペ  
25 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のとこ  
26 ろに同様の強度の吸収を認める。

27 吸光度(2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265nm) : 450~490(10mg, エタノール  
28 (95), 1000mL)。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +103~+112°(50mg, エタノール  
30 (95), 10mL, 100mm)。この試験は開封後30分以内に溶か  
31 し、溶液調製後30分以内に測定する。

32 純度試験 7-デヒドロコレステロール 本品10mgを薄めた  
33 エタノール(9→10)2.0mLに溶かし、ジギトニン20mgを薄め  
34 たエタノール(9→10)2.0mLに溶かした液を加え、18時間放  
35 置するとき、沈殿を生じない。

36 定量法 本操作はできるだけ空気又は酸化剤との接触を避け、  
37 遮光容器を用いて行う。本品及びコレカルシフェロール標準  
38 品約30mgずつを精密に量り、それぞれイソオクタンに溶か  
39 し、正確に50mLとする。この液10mLずつを正確に量り、  
40 それぞれに内標準溶液3mLを正確に加えた後、移動相を加  
41 えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
42 び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
43 ー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
44 するコレカルシフェロールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求

45 める。

46 コレカルシフェロール(C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O)の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S$

47  $M_S$  : コレカルシフェロール標準品の秤取量(mg)

48 内標準溶液 フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液(1→  
49 100)

50 操作条件

51 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

52 カラム : 内径約4mm, 長さ10~30cmのステンレス管に  
53 5~10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを  
54 充てんする。

55 カラム温度 : 常温

56 移動相 : ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液(997 : 3)

57 流量 : コレカルシフェロールの保持時間が約25分にな  
58 るように調整する。

59 カラムの選定 : コレカルシフェロール標準品15mgをイ  
60 ソオクタン25mLに溶かし、この液をフラスコに移し、  
61 還流冷却器を付け、油浴中で2時間加熱し、速やかに  
62 室温まで冷却する。この液を石英試験管に移し、短波  
63 長ランプ(主波長254nm)及び長波長ランプ(主波長  
64 365nm)を用いて3時間照射する。この液10mLに移動  
65 相を加えて50mLとする。この液10μLにつき、上記  
66 の条件で操作するとき、コレカルシフェロールに対す  
67 るプレビタミンD<sub>3</sub>、トランス-ビタミンD<sub>3</sub>及びタチ  
68 ステロールD<sub>3</sub>の相対保持時間は、約0.5、約0.6及び約  
69 1.1であり、またプレビタミンD<sub>3</sub>とトランス-ビタミン  
70 D<sub>3</sub>及びコレカルシフェロールとタチステロールD<sub>3</sub>  
71 の分離度がそれぞれ1.0以上のものを用いる。

72 貯法

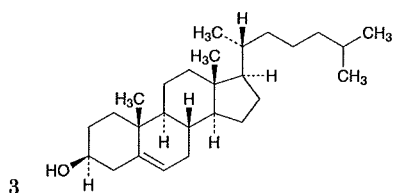
73 保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換し、冷所に保存  
74 する。

75 容器 密封容器。

1 コレステロール

1 コレステロール

2 Cholesterol



4  $C_{27}H_{46}O$  : 386.65

5 Cholest-5-en-3 $\beta$ -ol

6 [57-88-5]

7 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は粒で、においはないか、  
8 又はわずかににおいがあり、味はない。

9 本品はクロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく、  
10 1,4-ジオキサンにやや溶けやすく、エタノール(99.5)にや  
11 や溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 本品は光によって徐々に黄色～淡黄褐色となる。

13 確認試験

14 (1) 本品0.01gをクロロホルム1mLに溶かし、硫酸1mLを  
15 加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤色を呈し、硫酸  
16 層は緑色の蛍光を發する。

17 (2) 本品5mgをクロロホルム2mLに溶かし、無水酢酸  
18 1mL及び硫酸1滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈し、  
19 青色を経て緑色に変わる。

20 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : -34～-38°(乾燥後, 0.2g, 1,4-ジ  
21 オキサン, 10mL, 100mm).

22 融点 (2.60) 147～150°C

23 純度試験

24 (1) 溶状 本品0.5gを共栓フラスコにとり、温エタノール  
25 (95)50mLに溶かし、室温で2時間放置するとき、混濁又は  
26 沈殿を生じない。

27 (2) 酸 本品1.0gをフラスコに入れ、ジエチルエーテル  
28 10mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液10.0mLを加  
29 えて1分間振り混ぜた後、ジエチルエーテルを留去し、更に  
30 5分間煮沸する。冷後、水10mLを加え、0.05mol/L硫酸で滴  
31 定 (2.50) する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)。同  
32 様の方法で空試験を行う。

33 0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は0.30mL以下であ  
34 る。

35 乾燥減量 (2.41) 0.30%以下(1g, 減圧, 60°C, 4時間)。

36 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

37 貯法

38 保存条件 遮光して保存する。

39 容器 気密容器。

## 1 コレラワクチン

### 1 コレラワクチン

#### 2 Cholera Vaccine

- 3 本品は不活化した小川型株及び稲葉型株コレラ菌を含む液  
4 状の注射剤である。必要ならば単株の製剤とすることができ  
5 る。  
6 本品は生物学的製剤基準のコレラワクチンの条に適合する。  
7 性状 本品は白濁した液である。