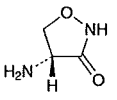
サイクロセリン

Cycloserine



$C_3H_6N_2O_2$：102.09

(4*R*)-4-Aminoisoxazolidin-3-one

[*68-41-7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はサイクロセリン($C_3H_6N_2O_2$)としての量を質量(力価)で示す．

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．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

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又は乾燥したサイクロセリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋108～＋114°(乾燥物に換算したもの2.5g，2mol/L水酸化ナトリウム試液，50mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～7.4である．

純度試験

(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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

(2)　**縮合生成物**　本品20mgをとり，水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に50mLとする．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285nmにおける吸光度は，0.8以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.0～6.1とする．

(iii)　標準溶液　サイクロセリン標準品を60℃で3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．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100μg(力価)及び50μg(力価)を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mL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100μg(力価)及び50μg(力価)を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密閉容器．

酢酸

Acetic Acid

本品は定量するとき，酢酸($C_2H_4O_2$：60.05)30.0～32.0w/v%を含む．

性状 本品は無色澄明の液で，刺激性の特異なにおい及び酸味がある．

本品は水，エタノール(95)又はグリセリンと混和する．

比重 d_{20}^{20}：約1.04

確認試験 本品は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物 本品20mLに水40mLを加えて試料溶液とする．試料溶液10mLに硝酸銀試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硫酸塩 (1)の試料溶液10mLに塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品10mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(3ppm以下)．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 (1)の試料溶液20mLに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（5） 蒸発残留物 本品30mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

定量法 本品5mLを正確に量り，水30mLを加え，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝60.05mg $C_2H_4O_2$

貯法 容器 気密容器．

氷酢酸

Glacial Acetic Acid

H_3C-CO_2H

$C_2H_4O_2$：60.05

Acetic acid

[*64-19-7*]

本品は定量するとき，酢酸($C_2H_4O_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は無色澄明の揮発性の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，刺激性の特異なにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

比重　d_{20}^{20}：約1.049

沸点：約118℃

確認試験　本品の水溶液(1→3)は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

凝固点〈*2.42*〉　14.5℃以上．

純度試験

（1）　塩化物　本品10mLに水を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLに硝酸銀試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2）　硫酸塩　(1)の試料溶液10mLに塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL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．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（4）　過マンガン酸カリウム還元性物質　(1)の試料溶液20mLに0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（5）　蒸発残留物　本品10mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

定量法　共栓フラスコに水10mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約1.5gを加え，再び精密に量る．次に水30mLを加え，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝60.05mg $C_2H_4O_2$

貯法　容器　気密容器．

酢酸ナトリウム水和物

Sodium Acetate Hydrate

酢酸ナトリウム

$H_3C-CO_2Na \cdot 3H_2O$

$C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$: 136.08

Monosodium acetate trihydrate

[*6131-90-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，酢酸ナトリウム($C_2H_3NaO_2$: 82.03)99.5%以上を含む．

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，清涼な塩味があり，わずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(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い．

本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験 本品の水溶液(1→10)は酢酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

(1) 溶状 本品2.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

(2) 酸又はアルカリ 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かし，フェノールフタレイン試液3滴を加えるとき，液は赤色を呈する．これを10℃に冷却するとき，又は10℃に冷却した後，0.01mol/L塩酸1.0mLを加えるとき，赤色は消える．

(3) 塩化物〈*1.03*〉 本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)．

(4) 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0.35mLを加える(0.017%以下)．

(5) 重金属〈*1.07*〉 本品2.0g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(10ppm以下)．

(6) カルシウム及びマグネシウム 本品4.0gを水25mLに溶かし，これに塩化アンモニウム6g，アンモニア水(28)20mL及び亜硫酸ナトリウム七水和物溶液(1→10)0.25mLを加えて溶かし，0.01mol/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，その量は0.5mL以下である(指示薬：メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬0.1g)．ただし，滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする．

(7) 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)．

(8) 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品1.0gを水100mLに溶かし，希硫酸5mLを加えて煮沸し，0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.50mLを加え，更に5分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

乾燥減量〈*2.41*〉 39.0～40.5%(1g，初め80℃で2時間，次に130℃で2時間)．

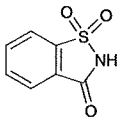
定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液1mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝8.203mg $C_2H_3NaO_2$

貯法 容器 気密容器．

サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$：183.18

1,2-Benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide

[*81-07-2*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，サッカリン($C_7H_5NO_3S$)99.0～101.0%を含む．

◆**性状** 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘い．

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．◆

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

◆**融点**〈*2.60*〉 226～230℃◆

純度試験

◆（1） 溶状 本品1.0gを熱湯30mL又はエタノール(95)50mLに溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

◆（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)．◆

（3） 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品の加熱した飽和溶液10mLに，塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆（4） *o*-トルエンスルホンアミド 本品10gを水酸化ナトリウム試液70mLに溶かし，酢酸エチル30mLずつで3回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液(1→4)30mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5gを加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に*o*-トルエンスルホンアミド0.10gをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する*o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液 カフェインの酢酸エチル溶液(1→500)

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1mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200℃付近の一定温度

注入口温度：225℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する*o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である．◆

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品0.20gをとり，試験を行う．ただし，48～50℃で10分間加温する．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(1g)．

定量法 本品約0.5gを精密に量り，エタノール(95)40mLに溶かし，水40mLを加えて混和し，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

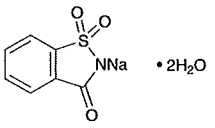
0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝18.32mg $C_7H_5NO_3S$

貯法 容器 密閉容器．

サッカリンナトリウム水和物

Saccharin Sodium Hydrate

サッカリンナトリウム



$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$: 241.20

2-Sodio-1,2-benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide dihydrate

[*6155-57-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サッカリンナトリウム($C_7H_4NNaO_3S$: 205.17)99.0～101.0%を含む．

◆**性状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘く，10000倍の水溶液でも甘味がある．

本品は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)にやや溶けにくい．

本品は空気中で徐々に風解して約半量の結晶水を失う．◆

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

◆（1）　溶状　本品1.0gを水1.5mL又はエタノール(95)50mLに溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

（2）　酸又はアルカリ　本品1.0gを水10mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液1滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを水40mLに溶かし，希塩酸0.7mL及び水を加えて50mLとし，器壁をガラス棒でこすり，結晶が析出し始めたら1時間放置する．次に乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．◆

（4）　安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品0.5gを水10mLに溶かし，酢酸(31)5滴及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆（5）　*o*-トルエンスルホンアミド　本品10gを水50mLに溶かし，酢酸エチル30mLずつで3回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液(1→4)30mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5gを加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に*o*-トルエンスルホンアミド0.10gをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する*o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液(1→500)

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1mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200℃付近の一定温度

注入口温度：225℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する*o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である．◆

（6）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．ただし，48～50℃で10分間放置する．液の色は色の比較液Aより濃くない．

水分〈*2.48*〉　15.0%以下(0.1g，容量適定法，直接適定)．

定量法　本品約0.15gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，必要ならばわずかに加熱して溶かし，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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.52mg $C_7H_4NNaO_3S$

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

サラシ粉

Chlorinated Lime

本品は定量するとき，有効塩素(Cl：35.45)30.0%以上を含む．

性状 本品は白色の粉末で，塩素ようのにおいがある．

本品に水を加えるとき，一部が溶け，液は赤色リトマス紙を青変し，次に徐々にこれを脱色する．

確認試験

（1） 本品に希塩酸を加えるとき，塩素臭のあるガスを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（2） 本品1gに水10mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

定量法 本品約5gを精密に量り，乳鉢に入れ，水50mLを加えてよくすり混ぜた後，水を用いて500mLのメスフラスコに移し，水を加えて500mLとする．よく振り混ぜ，直ちにその50mLを正確にヨウ素瓶にとり，ヨウ化カリウム試液10mL及び希塩酸10mLを加え，遊離したヨウ素を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3mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝3.545mg Cl

貯法

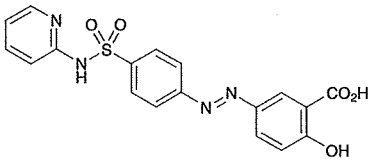
保存条件 遮光して，冷所に保存する．

容器 気密容器．

サラゾスルファピリジン

Salazosulfapyridine

スルファサラジン



$C_{18}H_{14}N_4O_5S$：398.39

2-Hydroxy-5-[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenylazo]benzoic acid

[*599-79-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サラゾスルファピリジン($C_{18}H_{14}N_4O_5S$)96.0%以上を含む．

性状　本品は黄色～黄褐色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品はピリジンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：240～249℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.1gを希水酸化ナトリウム試液20mLに溶かした液は赤褐色を呈し，これに亜ジチオン酸ナトリウム0.5gを振り混ぜながら徐々に加えるとき，液の赤褐色は徐々に退色する．この液を以下(2)～(4)の試験に用いる．

（2）　(1)で得た液1mLをとり，水40mLを加えた後，0.1mol/L塩酸試液で中和し，更に水を加えて50mLとし，この液5mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に退色する．

（3）　(1)で得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　(1)で得た液1mLにピリジン1mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜ，次に水3mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（5）　本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，水酸化ナトリウム試液12mL及び水36mLに溶かし，硝酸2mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25mL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0.40mLを加える(0.014%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，水酸化ナトリウム試液12mL及び水36mLに溶かし，塩酸2mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする．これを検液として，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)．

（3）　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)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを分解フラスコにとり，硝酸20mLを加え，流動状態になるまで弱く加熱する．冷後，硫酸5mLを加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸5mLを加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて25mLとする．この液5mLを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液5mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2mLを正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する(10ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.20gをピリジン20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ピリジンを加えて正確に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．次に薄めたメタノール(9→10)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．

（6）　サリチル酸　本品0.10gをとり，ジエチルエーテル15mLを加えて激しく振り混ぜ，これに希塩酸5mLを加えて3分間激しく振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過する．更に水層にジエチルエーテル15mLを加えて3分間激しく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過し，先のろ液と合わせる．ろ紙上の残留物をジエチルエーテル少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，室温で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発させる．残留物に希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ紙上の残留物を希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液に溶かし，正確に400mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長535nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，サリチル酸の量は0.5%以下である．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(%)$=M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約20mgを精密に量り，薄めた過酸化水素(30)(1→40)10mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

0.005mol/L過塩素酸バリウム液1mL

100　　＝1.992mg $C_{18}H_{14}N_4O_5S$

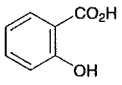
101　**貯法**

102　　保存条件　遮光して保存する．

103　　容器　気密容器．

サリチル酸

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$：138.12

2-Hydroxybenzoic acid

[69-72-7]

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$)99.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに酸味があり，刺激性である．

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はサリチル酸塩の定性反応〈1.09〉の(1)及び(3)を呈する．

（2）　本品のエタノール(95)溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈2.60〉　158～161℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品5.0gに水90mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液30mL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0.35mLを加える(0.008%以下)．

（2）　硫酸塩〈1.14〉　(1)のろ液20mLに希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下)．

（3）　重金属〈1.07〉　本品2.0gをアセトン25mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液4mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.50gを移動相に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．別にフェノール10mg，4－ヒドロキシイソフタル酸25mg及びパラオキシ安息香酸50mgをそれぞれ正確にとり移動相に溶かして正確に100mL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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のサリチル酸及び上記以外のピークの面積は標準溶液の4－ヒドロキシイソフタル酸のピーク面積より大きくなく，試料溶液のサリチル酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸のピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／酢酸(100)混液(60：40：1)

流量：サリチル酸の保持時間が約17分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサリチル酸の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：フェノール10mg，4－ヒドロキシイソフタル酸25mg及びパラオキシ安息香酸50mgを移動相100mLに溶かす．この液1mLを量り，移動相を加えて10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールの順に溶出し，4－ヒドロキシイソフタル酸とフェノールの分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(2g，シリカゲル，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，中和エタノール25mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝13.81mg $C_7H_6O_3$

貯法　容器　密閉容器．

1 サリチル酸精

2 Salicylic Acid Spirit

3 本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)2.7～
4 3.3w/v%を含む．

5 **製法**

サリチル酸	30g
グリセリン	50mL
エタノール	適量
全量	1000mL

6 以上をとり，酒精剤の製法により製する．

7 **性状** 本品は無色澄明の液である．

8 比重 d_{20}^{20}：約0.86

9 **確認試験** 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この
10 液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペク
11 トルを測定するとき，波長520～535nmに吸収の極大を示す
12 (サリチル酸)．

13 **アルコール数**〈*1.01*〉 8.8以上(第2法)．

14 **定量法** 本品10mLを正確に量り，エタノール(95)10mL及び
15 水を加えて正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，
16 pH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に100mL
17 とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケータ
18 ー(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.3gを精密に量り，
19 エタノール(95)10mL及び水に溶かし，正確に100mLとする．
20 この液3mLを正確に量り，pH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝
21 液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液
22 及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄
23 (Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを正確に加え，更にpH2.0の
24 塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に25mLとする．こ
25 れらの液につき，水を用いて同様に操作した液を対照として，
26 紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，試料溶液
27 及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長530nmにおける
28 吸光度A_T及びA_Sを測定する．

29 サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)$=M_S \times A_T / A_S$

30 M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

31 **貯法** 容器 気密容器．

複方サリチル酸精

Compound Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)1.8～2.2w/v%及びフェノール(C_6H_6O：94.11)0.43～0.53w/v%を含む．

製法

サリチル酸	20g
液状フェノール	5mL
グリセリン	40mL
エタノール	800mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡赤色澄明の液である．

比重　d_{20}^{20}：約0.88

確認試験

（1）　本品1mLにpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて200mLとする．この液5mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸)．

（2）　本品1mLに水20mL及び希塩酸5mLを加え，ジエチルエーテル20mLで抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5mLずつで2回洗った後，希水酸化ナトリウム試液10mLで抽出する．抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，10分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール)．

（3）　本品0.5mLに希塩酸5mLを加え，クロロホルム5mLで抽出し，試料溶液(1)とする．また，本品2mLに希塩酸5mLを加え，クロロホルム5mLで抽出し，抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5mLずつで2回洗い，試料溶液(2)とする．別にサリチル酸及びフェノール0.01gずつをそれぞれクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，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(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(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／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)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(1)及び標準溶液(1)から得たスポットのR_f値は等しく，試料溶液(2)及び標準溶液(2)から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液(1)から得たスポットは，紫色を呈する．

アルコール数〈1.01〉　7.5以上(第2法)．

定量法　本品2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.2g及び定量用フェノール約50mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15μL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．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/5$

フェノール(C_6H_6O)の量(mg)＝$M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/5$

M_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

M_{Sb}：定量用フェノールの秤取量(mg)

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液(1→1250)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)

流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整する．

カラムの選定：安息香酸0.2g，サリチル酸0.2g及びテオフィリン0.05gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液10mLに薄めたメタノール(1→2)90mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

1 サリチル酸絆創膏

2 Salicylic Acid Adhesive Plaster

3 **製法**

サリチル酸，細末	500g
絆創膏基剤	適量
全量	1000g

4　以上をとり，精選したゴム，樹脂類，酸化亜鉛及びその他
5 の物質を練り合わせ，粘着性物質とし，布に均等に延べて製
6 する．

7 **性状**　本品の膏面は類白色で，皮膚によく付着する．

8 **貯法**

9　保存条件　遮光して保存する．

10　容器　密閉容器．

1 サリチル・ミョウバン散

2 Salicylated Alum Powder

3 　本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)2.7～
4 3.3%を含む．

5 **製法**

サリチル酸，細末	30g
乾燥硫酸アルミニウムカリウム，微末	640g
タルク，微末	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**　本品は白色の粉末である．

8 **確認試験**

9 （1）　定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液
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520～535nmに吸収の極大を示す
12 (サリチル酸)．

13 （2）　本品0.3gにメタノール5mLを加えて振り混ぜた後，
14 ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸0.01gをメ
15 タノール5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につ
16 き，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試
17 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
18 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
19 る．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：
20 1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．
21 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び
22 標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄
23 層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から
24 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
25 ポットは，紫色を呈する．

26 **定量法**　本品約0.33gを精密に量り，エタノール(95)80mLを加
27 えてよく振り混ぜた後，更にエタノール(95)を加えて正確に
28 100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液
29 を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター
30 (シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，エ
31 タノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mL
32 を正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，
33 標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に
34 量り，それぞれに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを正
35 確に加え，更にpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて
36 正確に25mLとする．これらの液につき，エタノール
37 (95)10mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外
38 可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び
39 標準溶液から得たそれぞれの液の波長530nmにおける吸光
40 度A_T及びA_Sを測定する．

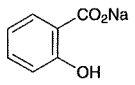
41 　サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)$=M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

42 　M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

43 **貯法**　容器　密閉容器．

サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$C_7H_5NaO_3$：160.10

Monosodium 2-hydroxybenzoate

[*54-21-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸ナトリウム($C_7H_5NaO_3$)99.5%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．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品2.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.02以下である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを水15mLに溶かし，希硝酸6mL及びエタノール(95)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にエタノール(95)28mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩　本品0.25gを水5mLに溶かし，塩化バリウム試液0.5mLを加えるとき，液は変化しない．

（4）　亜硫酸塩又はチオ硫酸塩　本品1.0gを水20mLに溶かし，塩酸1mLを加えてろ過し，ろ液に0.05mol/Lヨウ素液0.15mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（5）　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)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを分解フラスコにとり，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，白煙が生じるまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，冷後，更に過酸化水素(30)2mLを加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．必要ならば硝酸及び過酸化水素(30)を加えて加熱する操作を繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が生じるまで加熱する．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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3g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(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＝16.01mg $C_7H_5NaO_3$

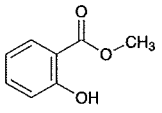
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$：152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate

[*119-36-8*]

本品は定量するとき，サリチル酸メチル($C_8H_8O_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色～微黄色の液で，強い特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

比重　d_{20}^{20}：1.182～1.192

沸点：219～224℃

確認試験　本品1滴に水5mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品5.0mLに新たに煮沸して冷却した水25mL及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，フェノールレッド試液2滴を加え，液の赤色が消えるまで0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉するとき，0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は0.45mL以下である．

（2）　重金属　本品10.0mLに水10mLを加えてよく振り混ぜた後，塩酸1滴を加え，硫化水素を通じて飽和するとき，油層及び水層は暗色を呈しない．

定量法　本品約2gを精密に量り，0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液50mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱し，冷後，過量の水酸化カリウムを0.5mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

＝76.08mg $C_8H_8O_3$

貯法　容器　気密容器．

1 複方サリチル酸メチル精

2 Compound Methyl Salicylate Spirit

3 **製法**

サリチル酸メチル	40mL
トウガラシチンキ	100mL
d－又は*dl*－カンフル	50g
エタノール	適量
全量	1000mL

4　以上をとり，酒精剤の製法により製する．

5 **性状**　本品は帯赤黄色の液で，特異なにおいがあり，味はやく
6 ようである．

7 **確認試験**

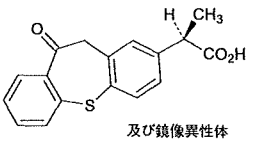
8 （1）　本品1mLに希メタノール5mLを加えて振り混ぜた後，
9 塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する(サリチ
10 ル酸メチル)．

11 （2）　本品1mLにクロロホルム10mLを加えてよく振り混ぜ，
12 試料溶液とする．別にサリチル酸メチル0.04gをクロロホル
13 ム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄
14 層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液
15 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
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 にヘキサン／クロロホルム混液(4：1)を展開溶媒として約
18 10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長
19 254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たス
20 ポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液
21 を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれ
22 に対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈す
23 る．

24 **貯法**　容器　気密容器．

ザルトプロフェン

Zaltoprofen



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36

(2*RS*)-2-(10-Oxo-10,11-dihydrodibenzo[*b*,*f*]thiepin-2-yl)propanoic acid

[*74711-43-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のアセトン溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化ナトリウム0.5gを加え，徐々に加熱して融解し，炭化する．冷後，薄めた塩酸(1→2)5mLを加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛(II)紙を黒変する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　135～139℃

純度試験

（1）　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)．

（2）　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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(2→25)を用いる(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50mgを移動相50mL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50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mL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，試料溶液のザルトプロフェンのピーク及びザルトプロフェンに対する相対保持時間約0.7のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からザルトプロフェンの保持時間の約15倍の範囲

システム適合性

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から得たザルトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品25mg及び安息香酸イソプロピル50mgをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ザルトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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，メタノール50mL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．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝29.84mg $C_{17}H_{14}O_3S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ザルトプロフェン錠

Zaltoprofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$：298.36)を含む．

製法　本品は「ザルトプロフェン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ザルトプロフェン」80mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)30mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液1mLにエタノール(99.5)を加えて20mLとする．この液2mLにエタノール(99.5)を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227～231nm及び329～333nmに吸収の極大を示し，波長241～245nmに吸収の肩を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水4mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール(95)を加えてよく振り混ぜた後，1mL中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約4mgを含む液となるようにエタノール(95)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，エタノール(95)を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約44μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを105℃で4時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，エタノール(99.5)20mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長340nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)
C：1錠中のザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量(mg)

定量法　本品10個をとり，水40mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール(95)を加えてよく振り混ぜた後，エタノール(95)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約8mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，エタノール(95)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを105℃で4時間乾燥し，その約80mgを精密に量り，水4mLを加えた後，エタノール(95)に溶かし正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，エタノール(95)を加えて50mLとし，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ザルトプロフェンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

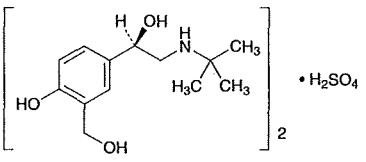
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルブタモール硫酸塩

Salbutamol Sulfate

硫酸サルブタモール



及び鏡像異性体

$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：576.70

(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethyl)amino-1-(4-hydroxy-3-hydroxymethylphenyl)ethanol hemisulfate

[*51022-70-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サルブタモール硫酸塩[$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$]98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→12500)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→20)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mL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）　類縁物質　本品20mg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5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／2－プロパノール／水／アンモニア水(28)混液(25：15：8：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをジエチルアミンの蒸気で飽和した密閉容器中に5分間放置した後，噴霧用4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩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．

（4）　ホウ素　本品50mg及びホウ素標準液5.0mLをとり，それぞれを白金るつぼに入れ，炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液5mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，120℃で1時間乾燥し，直ちに強熱灰化する．冷後，残留物に水0.5mL及びクルクミン試液3mLを加え，水浴上で5分間穏やかに加温する．冷後，酢酸(100)・硫酸試液3mLを加えて混和し，30分間放置した後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，エタノール(95)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555nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，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0.9gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，加温して溶かし，冷後，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3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

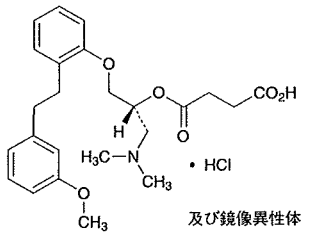
0.1mol/L過塩素酸1mL＝57.67mg $(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩

Sarpogrelate Hydrochloride

塩酸サルポグレラート



及び鏡像異性体

$C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97

(2*RS*)-1-Dimethylamino-3-{2-[2-(3-methoxyphenyl)ethyl]phenoxy}propan-2-yl hydrogen succinate monohydrochloride

[*135159-51-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(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又はサルポグレラート塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はサルポグレラート塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品，又は本品及びサルポグレラート塩酸塩標準品をそれぞれアセトンで加熱懸濁し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品0.3gに水酸化ナトリウム試液6mLを加え，よく振り混ぜた後，10分間放置する．この液をろ過し，ろ液1mLに希硝酸1mLを加えた液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後3時間以内に行う．本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mL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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／5より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のサルポグレラート以外のピークの合計面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／2より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品50mgを水20mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加える．この液にサルポグレラート塩酸塩原液1mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.1g，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びサルポグレラート塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液2.5mLずつを正確に加え，移動相を加えて溶かし，50mLとする．この液5mLずつを量り，移動相を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(3→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μm

の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液(1300：700：1)

流量：サルポグレラートの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，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10μL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サルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩細粒

Sarpogrelate Hydrochloride Fine Granules

塩酸サルポグレラート細粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97)を含む．

製法　本品は「サルポグレラート塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」50mgに対応する量をとり，0.01mol/L塩酸試液10mLを加え，室温で10分間放置した後，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を遠心分離し，上澄液5mLを量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nm及び274～278nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後3時間以内に行う．本品を粉末とし，表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」0.10gに対応する量をとり，移動相50mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2mL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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の2.5倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：サルポグレラート塩酸塩50mgを水20mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加える．この液に，サルポグレラート塩酸塩原液1mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，内標準溶液V／10mLを正確に加え，更に移動相4V／5mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約1mgを含む液となるように移動相を加えてV mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

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

本品の表示量に従いサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約50mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 180$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約0.25gに対応する量を精密に量り，内標準溶液25mLを正確に加えた後，移動相200mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液に移動相を加えて250mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLと

する．この液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，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10μL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サルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩錠

Sarpogrelate Hydrochloride Tablets

塩酸サルポグレラート錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97)を含む．

製法　本品は「サルポグレラート塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」50mgに対応する量をとり，0.01mol/L塩酸試液10mLを加え，室温で10分間放置した後，0.01mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を遠心分離し，上澄液5mLを量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269～273nm及び274～278nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後12時間以内に行う．本品を粉末とし，表示量に従い「サルポグレラート塩酸塩」0.10gに対応する量をとり，移動相50mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2mL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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1.5倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：サルポグレラート塩酸塩50mgを水20mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mLを加える．この液に，サルポグレラート塩酸塩原液1mLを加えた後，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内標準溶液V／10 mLを正確に加え，錠剤を崩壊させる．移動相4V／5 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約1mgを含む液となるように移動相を加えてV mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約55.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約0.25gに対応する量を精密に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，更に移動相約200mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液に移動相を加えて250mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，内標準溶液5mLを正確

に加え，更に移動相を加えて50mLとする．この液5mLを量り，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するサルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，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10μL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サルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

酸化亜鉛

Zinc Oxide

亜鉛華

ZnO：81.38

本品を強熱したものは定量するとき，酸化亜鉛(ZnO)99.0%以上を含む．

性状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は空気中で徐々に二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1） 本品は強熱するとき，黄色となり，冷えると色はもとに戻る．

（2） 本品の希塩酸溶液(1→10)は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 炭酸塩及び溶状 本品2.0gに水10mLを加えて振り混ぜ，希硫酸30mLを加え，水浴上でかき混ぜながら加熱するとき，泡立たない．また，この液は無色澄明である．

（2） アルカリ 本品1.0gに水10mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L塩酸0.20mLを加えるとき，液は無色である．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.5gに水40mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液20mLに希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.096%以下)．

（4） 鉄 本品1.0gをとり，薄めた塩酸(1→2)50mLに溶かし，更にペルオキソ二硫酸アンモニウム0.1gを加えて溶かし，4－メチル－2－ペンタノン20mLで抽出する．次に4－メチル－2－ペンタノン層に鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mLを加えて再び抽出し，鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液層を検液とする．別に鉄標準液1.0mLをとり，同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にL－アスコルビン酸溶液(1→100)2mLを加えて混和し，30分間放置後，2,2′－ビピリジルのエタノール(95)溶液(1→200)5mL及び水を加えて50mLとし，30分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)．

（5） 鉛 本品2.0gに水20mLを加え，かき混ぜながら酢酸(100)5mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，クロム酸カリウム試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.5gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(4ppm以下)．

強熱減量〈*2.43*〉 1.0%以下(1g，850℃，1時間)．

定量法 本品を850℃で1時間強熱し，その約0.8gを精密に量り，水2mL及び塩酸3mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水80mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→50)をわずかに沈殿を生じるまで加え，次にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加えた後，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(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝4.069mg ZnO

貯法 容器 気密容器．

酸化カルシウム

Calcium Oxide

生石灰

CaO：56.08

本品を強熱したものは定量するとき，酸化カルシウム(CaO)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の堅い塊で，粉末を含み，においはない．

本品は熱湯に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品1gは水2500mLにほとんど溶ける．

本品は空気中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品を水で潤すとき，発熱して白色の粉末となり，これを約5倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する．

（2）　本品1gに水20mLを混ぜ，酢酸(31)を滴加して溶かした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5.0gに水少量を加えて崩壊し，水100mLを加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸1mLを加える．この液を5分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は10.0mg以下である．

（2）　炭酸塩　本品1.0gに水少量を加えて崩壊し，水50mLとよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の希塩酸を加えるとき，著しく泡立たない．

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0gに水75mLを混ぜ，塩酸を滴加して溶かし，更に塩酸1mLを追加する．1～2分間煮沸し，アンモニア試液で中和し，これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後，水浴上で2時間加熱する．冷後，水を加えて200mLとし，よく混ぜてろ過する．ろ液50mLを量り，硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固し，残留物を600℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は15mg以下である．

強熱減量〈*2.43*〉　10.0%以下(1g，900℃，恒量)．

定量法　本品を900℃で恒量になるまで強熱し，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，その約0.7gを精密に量り，水50mL及び薄めた塩酸(1→3)8mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水50mL及び8mol/L水酸化カリウム試液2mLを加え，更にNN指示薬0.1gを加えた後，0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝1.122mg CaO

貯法　容器　気密容器．

酸化チタン

Titanium Oxide

TiO_2 : 79.87

本品を乾燥したものは定量するとき，酸化チタン(TiO_2)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

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．

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが，塩酸，硝酸又は希硫酸に溶けない．

本品は硫酸水素カリウム，水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え，加熱して融解するとき，可溶性塩に変わる．

本品1gに水10mLを加え，振り混ぜた液は中性である．

確認試験 本品0.5gに硫酸5mLを加え，白煙を発するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液5mLに過酸化水素試液2～3滴を加えるとき，液は黄赤色を呈する．

純度試験

(1) 鉛 本品1.0gを白金るつぼにとり，硫酸水素カリウム10.0gを加え，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強く加熱し，時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する．冷後，クエン酸水素二アンモニウム溶液(9→20)30mL及び水50mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて100mLとし，試料原液とする．試料原液25mLを分液漏斗に入れ，硫酸アンモニウム溶液(2→5)10mL及びチモールブルー試液5滴を加え，アンモニア試液で中和し，更にアンモニア試液2.5mLを加えた後，この液にジチゾンの酢酸*n*-ブチル溶液(1→500)20mLを正確に加え，10分間振り混ぜて得た酢酸*n*-ブチル溶液を試料溶液とする．別に鉛標準液6.0mLを白金るつぼにとり，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である(60ppm以下)．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3nm

(2) ヒ素〈1.11〉 (1)の試料原液20mLを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液20mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2.0mLを加え，以下検液と同様に操作する(10ppm以下)．

(3) 水可溶物 本品4.0gに水50mLを加え，よく振り混ぜて一夜放置する．次に塩化アンモニウム試液2mLを加えてよく振り混ぜ，必要ならば更に塩化アンモニウム試液2mLを加え，酸化チタンが沈着した後，水を加えて200mLとし，よく振り混ぜ，二重ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液10mLを除き，澄明なろ液100mLをとり，水浴上で蒸発した後，650℃で恒量になるまで強熱するとき，残留物の量は5.0mg以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，るつぼに入れ，二硫酸カリウム3gを加え，ふたをし，初めは弱く，次に徐々に温度を上げ，内容物が融解した状態で30分間加熱し，更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明な液となる程度に30分間加熱する．冷後，るつぼの内容物を250mLのビーカーに移し，更に水75mL及び硫酸2.5mLの混液で洗い込み，水浴上でほとんど澄明になるまで加熱する．これにL-酒石酸2gを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液2～3滴を加え，アンモニア試液で中和し，薄めた硫酸(1→2)1～2mLを加えて酸性とし，硫化水素を十分に通じる．次にアンモニア試液30mLを加え，再び硫化水素を通じて飽和した後，10分間放置してろ過する．ろ紙上の沈殿を硫化アンモニウム試液2.5mLを含むL-酒石酸アンモニウム溶液(1→100)25mLずつで10回洗う．ろ過及び洗浄のときにはろ紙を液で満たして硫化鉄(II)の酸化を防ぐ．ろ液及び洗液を合わせ，薄めた硫酸(1→2)40mLを加え，煮沸して硫化水素を除き，冷後，水を加えて400mLとする．これにクペロン試液40mLをかき混ぜながら徐々に加え，放置して黄色の沈殿が沈着した後，更に白色の沈殿が生じるまでクペロン試液を加える．沈殿を軽く吸引しながら定量分析用ろ紙でろ過し，薄めた塩酸(1→10)で20回洗い，最後はやや強く吸引して水分を除く．沈殿をろ紙とともに70℃で乾燥し，質量既知のるつぼに入れ，初めは極めて弱く，煙を発しなくなればしだいに強く加熱し，900～950℃で恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量り，酸化チタン(TiO_2)の量とする．

貯法 容器 密閉容器．

酸化マグネシウム

Magnesium Oxide

MgO：40.30

本品を強熱したものは定量するとき，酸化マグネシウム(MgO)96.0%以上を含む．

本品の5gの容積が30mL以下のものは別名として重質酸化マグネシウムと表示することができる．

性状　本品は白色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水，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．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気中で湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験　本品の希塩酸溶液(1→50)はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ及び可溶性塩　本品2.0gをビーカーにとり，水100mLを加え，時計皿で覆い，水浴上で5分間加熱した後，直ちにろ過し，冷後，ろ液50mLをとり，メチルレッド試液2滴及び0.05mol/L硫酸2.0mLを加えるとき，液の色は赤色である．また，ろ液25mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は10mg以下である．

（2）　炭酸塩　本品0.10gに水5mLを加えて煮沸し，冷後，酢酸(31)5mLを加えるとき，ほとんど泡立たない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを希塩酸20mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水35mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸20mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸2mL，鉛標準液4.0mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下)．

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品40mgをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(500ppm以下)．

（5）　酸化カルシウム　本品を強熱し，その約0.25gを精密に量り，希塩酸6mLを加え，加熱して溶かす．冷後，水300mL及びL－酒石酸溶液(1→5)3mLを加え，更に2,2′,2″－ニトリロトリエタノール溶液(3→10)10mL，8mol/L水酸化カリウム試液10mLを加え，5分間放置した後，0.01mol/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(指示薬：NN指示薬0.1g)．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．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL
＝0.5608mg CaO

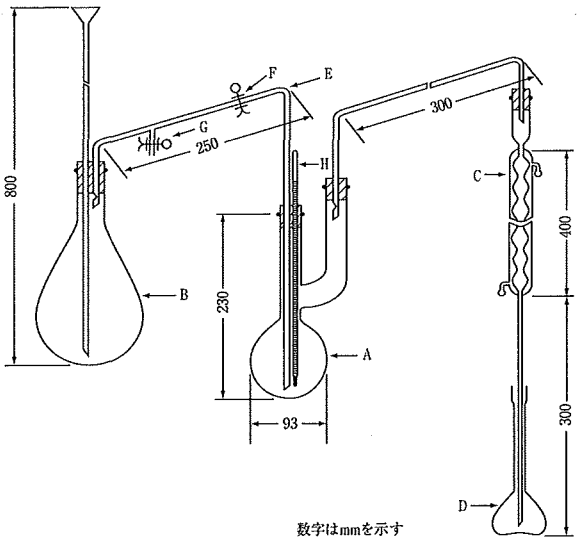
酸化カルシウム(CaO：56.08)の量は1.5%以下である．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(10ppm以下)．

（7）　酸不溶物　本品2.0gに水75mLを加え，振り混ぜながら塩酸12mLを滴加し，5分間煮沸する．不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙と共に強熱して灰化するとき，その量は2.0mg以下である．

（8）　フッ化物

（i）　装置　図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．



数字はmmを示す

A：容量約300mLの蒸留フラスコ
B：容量約100mLの水蒸気発生器
突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器　容量200mLのメスフラスコ
E：内径約8mmの水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

（ii）　操作法　本品5.0gをとり，水20mLを用いて蒸留フラスコAに洗い込み，ガラスウール約1g及び薄めた精製硫酸(1→2)50mLを加える．Aをあらかじめ水蒸気導入管Eに水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器Dには，0.01mol/L水酸化ナトリウム液10mL及び水10mLを入れ，冷却器Cの下端をこの液に浸す．Aを徐々に加熱して液の温度が130℃になったとき，ゴム管Fを開いてゴム管Gを閉じ，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．同時にA中の液の温度を135～145℃に保つようにAを加熱する．蒸留速度は1分間約10mLとする．留液が約170mLになったとき，蒸留を止め，Cの少量を水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に200mLとし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．次式により試験液中のフッ素(F)の量を求めるとき，0.08%以下である．

試験液中のフッ素(F：19.00)の量(mg)
＝標準液5mL中のフッ素の量(mg) × A_T／A_S × 200／V

強熱減量〈*2.43*〉　10%以下(0.25g，900℃，恒量)．

定量法　本品を900℃で恒量になるまで強熱し，その約0.2gを精密に量り，水10mL及び希塩酸4.0mLを加えて溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，

水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，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(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験(5)で得た酸化カルシウム(CaO)に対応する0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
　＝2.015mg MgO
酸化カルシウム(CaO)1mg
　＝0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液0.36mL

貯法　容器　気密容器．

三酸化ヒ素

Arsenic Trioxide

亜ヒ酸

三酸化二ヒ素

As_2O_3：197.84

本品を乾燥したものは定量するとき，三酸化ヒ素(As_2O_3)99.5%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品は水，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．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験　本品0.2gに水40mLを加え，水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　溶状　本品1.0gをアンモニア試液10mLに弱く加熱して溶かすとき，液は澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→25)20mLを加え，必要ならば加温して溶かす．水40mL及びメチルオレンジ試液2滴を加え，液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後，炭酸水素ナトリウム2g，水50mLを加え，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3mL)．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝4.946mg As_2O_3

貯法　容器　気密容器．

酸素

Oxygen

O_2 : 32.00

本品は空気液化分離法により製造された酸素である．

本品は定量するとき，酸素(O_2)99.5vol%以上を含む．

性状 本品は大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品1mLは温度20℃，気圧101.3kPaで水32mL又はエタノール(95)7mLに溶ける．

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで1.429gである．

確認試験

本品及び酸素1mLずつを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピーク及び酸素から得たピークの保持時間は等しい．

試験条件

純度試験の試験条件を準用する．

純度試験 窒素 本品1.0mLを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，窒素のピーク面積A_Tを求める．別に混合ガス調製器に窒素0.50mLを採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に100mLとし，よく混合して標準混合ガスとする．その1.0mLにつき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積A_Sを求めるとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径3mm，長さ3mの管に250～355μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm)を充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：混合ガス調製器に窒素0.5mLを採取し，本品を加えて100mLとし，よく混合する．その1.0mLにつき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準混合ガス1.0mLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，窒素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法

(i) 装置 図に示すものを用いる．Aは二方活栓aを有する100mLのガスビュレットで，b～c，d～e及びe～fは0.1mL目盛り，c～dは2mL目盛りである．Aは水準管Bと肉厚ゴム管で連結し，A及びBのほぼ半容に達する量の塩化アンモニウム・アンモニア試液を満たす．ガスピペットCの吸収球gには直径2mm以下の線状の銅をコイル状に細く巻いたものを多数上部に達するまで詰め，更に塩化アンモニウム・アンモニア試液125mLを入れ，ゴム栓iを閉じ，Aと肉厚ゴム管で連結する．

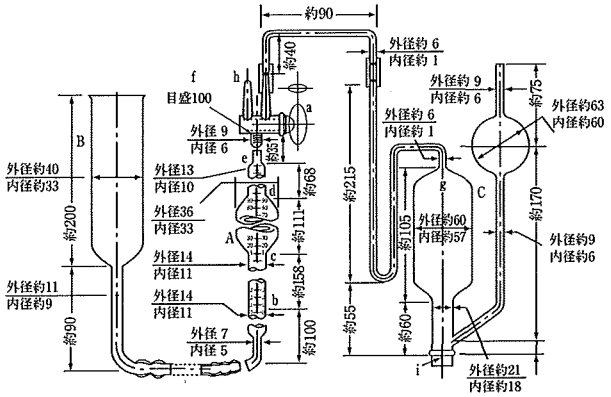
(ii) 操作法 aを開きBを下げてg中の液をaの活栓孔のところまで吸い上げた後，aを閉じ，次にaの試料導入管hに通じる孔を開き，Bを上げて塩化アンモニウム・アンモニア試液をA及びh中に全満した後，aを閉じ，試料容器をhにつなぎ再びaを開いて，Bを下げながら本品約100mLを精密に量る．aのCに通じる孔を開きBを上げて本品をg中へ送り込み，aを閉じてCを5分間，前後に穏やかに振り動かす．吸収されずに残るガスをaを開きBを下げてA中へ戻し，その容量を量る．この操作を繰り返し，吸収されずに残るガスの量が恒量になったときその容量を量りV(mL)とする．ただし，C中の塩化アンモニウム・アンモニア試液を新たにした場合は少なくとも4回上記の操作を繰り返した後の定量値を採用する．ただし，採取量及びVは，20℃で気圧101.3kPaの容量に換算したものとする．

酸素(O_2)の量(mL)＝本品の採取量(mL)－V(mL)

貯法

保存条件 40℃以下で保存する．

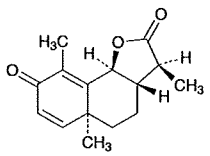
容器 耐圧密封容器．



b～c＝0.1mL目盛り
c～d＝2mL目盛り
d～e＝0.1mL目盛り
e～f＝0.1mL目盛り
目盛線は，赤色とする．
b～f＝100mL

サントニン

Santonin



$C_{15}H_{18}O_3$：246.30

(3*S*,3a*S*,5a*S*,9b*S*)-3,5a,9-Trimethyl-3a,5,5a,9b-tetrahydronaphtho[1,2-*b*]furan-2,8(3*H*,4*H*)-dione

[*481-06-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サントニン($C_{15}H_{18}O_3$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって黄色になる．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(3→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－170～－175°(0.2g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　172～175℃

純度試験

（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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　アルカロイド　本品0.5gに薄めた硫酸(1→100)20mLを加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液10mLに水を加えて30mLとし，この液にヨウ素試液3滴を加えて3時間放置するとき，液は混濁しない．

（3）　アルテミシン　本品を粉末とし，その1.0gにクロロホルム2mLを加え，わずかに加温して溶かすとき，液は澄明で黄色を呈しないか，又は黄色を呈しても色の比較液Aより濃くない．

（4）　フェノール類　本品0.20gに水10mLを加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液が黄色を呈するまで臭素試液を加えるとき，液は混濁しない．

（5）　酸呈色物　本品10mgを硝酸で潤すとき，直ちに呈色しない．また0℃に冷却した硫酸で潤すとき，直ちに呈色しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，エタノール(95)10mLを加え，加温して溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液20mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で5分間加熱する．急冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.05mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝24.63mg $C_{15}H_{18}O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジアスターゼ

Diastase

本品は主として麦芽から製したもので，でんぷん消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1g当たり440でんぷん糖化力単位以上を含む．

本品は，通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性状　本品は淡黄色～淡褐色の粉末である．

本品は吸湿性である．

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い．

乾燥減量 〈*2.41*〉　4.0%以下(1g，105℃，5時間)．

定量法

（ｉ） 基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．

（ii） 試料溶液　本品約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．

（iii） 操作法　消化力試験法 〈*4.03*〉「1.でんぷん消化力試験法」の「1.1.でんぷん糖化力測定法」により操作する．

貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

1 ジアスターゼ・重曹散

2 Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

3 **製法**

ジアスターゼ	200g
炭酸水素ナトリウム	300g
沈降炭酸カルシウム	400g
酸化マグネシウム	100g
全量	1000g

4　　以上をとり，散剤の製法により用時製する．

5 **性状**　本品は淡黄色で，特異な塩味がある．

6 **貯法**　容器　密閉容器．

1 複方ジアスターゼ・重曹散

2 Compound Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

3 **製法**

ジアスターゼ	200g
炭酸水素ナトリウム	600g
酸化マグネシウム	150g
ゲンチアナ末	50g
全量	1000g

4　　以上をとり，散剤の製法により用時製する．

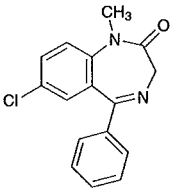
5 **性状**　本品はわずかに褐色を帯びた淡黄色で，特異なにおいが

6　あり，味は苦い．

7 **貯法**　容器　密閉容器．

ジアゼパム

Diazepam



$C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*439-14-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品10mgを硫酸3mLに溶かし，この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品2mgを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)200mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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を比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，青色～青緑色を呈する．

融点〈*2.60*〉　130～134℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(95)20mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25mLに希硝酸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0.20mLを加える(0.014%以下)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品1.0gをアセトン10mL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とする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)を展開溶媒として約12cm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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.6gを精密に量り，無水酢酸60mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.47mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジアゼパム錠

Diazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74)を含む．

製法 本品は「ジアゼパム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジアゼパム」50mgに対応する量をとり，アセトン50mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液1mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)100mL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するとき，波長240～244nm，283～287nm及び360～370nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．メタノール30mLを加えて10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50mLとし，遠心分離する．ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)0.4mgに対応する容量の上澄液VmLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジアゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V$

M_S：定量用ジアゼパムの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→25000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジアゼパムの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性 別に規定する．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)約50mgに対応する量を精密に量り，水10mLを加え，振り混ぜ，メタノール60mLを加えて，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジアゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水10mL及びメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ジアゼパムの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(13：7)

流量：ジアゼパムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジアゼパムの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

シアナミド

Cyanamide

H_2N-CN

CH_2N_2 : 42.04

Aminonitrile

[*420-04-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シアナミド(CH_2N_2)97.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール(99.5)又はアセトンに極めて溶けやすい．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である．

本品は吸湿性である．

融点：約46℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品のアセトン溶液(1→100)1～2滴を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製した臭化カリウム錠剤に滴加し，風乾した後，赤外吸収スペクトル法〈*2.25*〉の薄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．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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(10ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約1gを精密に量り，水に溶かし，正確に250mLとする．この液15mLを正確に量り，希硝酸2～3滴を加えた後，アンモニア試液10mLを加える．次に0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加え，時々振り混ぜながら15分間放置した後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液50mLを正確に量り，希硝酸で中和した後，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．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝2.102mg CH_2N_2

貯法

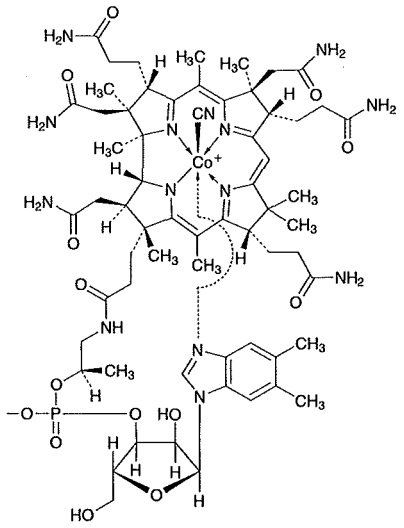
保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミンB_{12}



$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37

*Co*α-[α-(5,6-Dimethyl-1*H*-benzoimidazol-1-yl)]-*Co*β-cyanocobamide

[*68-19-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は暗赤色の結晶又は粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシアノコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品1mgに硫酸水素カリウム50mgを混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水3mLを加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物0.5g，希酢酸0.5mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→500)0.5mLを加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸0.5mLを追加し，1分間煮沸しても液の赤色は消えない．

（3）　本品5mgを50mLの蒸留フラスコにとり，水5mLに溶かし，ホスフィン酸2.5mLを加えた後，短い冷却器を付け，冷却器の先端は試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液(1→50)1mL中に浸す．次いで，10分間穏やかに煮沸し，留液1mLを得るまで蒸留する．試験管中の液に硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物の飽和溶液4滴を加えて穏やかに振り混ぜ，フッ化ナトリウム30mgを加えて沸騰するまで加熱した後，直ちに薄めた硫酸(1→7)を液が澄明になるまで滴加し，更に薄めた硫酸(1→7)3～5滴を追加するとき，液は青色～青緑色を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは4.2～7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品10mgを移動相10mLに溶かし，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，試料溶液のシアノコバラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシアノコバラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：361nm)

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チルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム10gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整する．この液147mLにメタノール53mLを加える．

流量：シアノコバラミンの保持時間が約7分になるよう調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシアノコバラミンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に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20μLから得たシアノコバラミンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のシアノコバラミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本操作は溶液調製後，速やかに行う．本品25mgに水10mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.5mL及び0.05mol/L塩酸試液0.5mLを加え，更に水を加えて25mLとし，振り混ぜる．5分間静置後，この液1mLに移動相を加えて10mLとした液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，2本の主ピークを示し，それらのピークの分離度は2.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　12%以下(50mg，減圧・0.67kPa以下，酸化リン(V)，100℃，4時間)．

定量法　本品及びシアノコバラミン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に1000mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長361nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

シアノコバラミン注射液

Cyanocobalamin Injection

ビタミンB_{12}注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37)を含む．

製法　本品は「シアノコバラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は淡赤色～赤色澄明の液である．

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277～279nm，360～362nm及び548～552nmに吸収の極大を示す．また，波長360～362nm及び548～552nmの吸収極大の波長における吸光度をA_1及びA_2とするとき，A_2/A_1は0.29～0.32である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.30EU/μg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)約2mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品(別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．以下「シアノコバラミン」の定量法を準用する．

シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

貯法

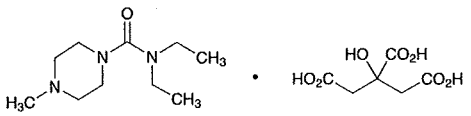
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩

Diethylcarbamazine Citrate

クエン酸ジエチルカルバマジン



$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$: 391.42

N,N-Diethyl-4-methylpiperazine-1-carboxamide monocitrate

[*1642-54-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，酸味及び苦味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，アセトン，クロロホルム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→20)は酸性である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.5gを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液10mLを加えた後，クロロホルム5mLずつで4回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせて水10mLで洗った後，クロロホルムを水浴上で蒸発し，残留物にヨードエタン1mLを加え，還流冷却器を付けて5分間穏やかに煮沸する．次に空気を送りながら過量のヨードエタンを蒸発して除き，エタノール(95)4mLを加えて氷水中で冷却し，かき混ぜながら沈殿を生じるまでジエチルエーテルを加え，沈殿が結晶になるまでかき混ぜる．30分間氷水中に放置した後，結晶をろ取し，エタノール(95)4mLに溶かし，同じ操作を繰り返して再結晶し，105℃で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は151～155℃である．

（2）　(1)のクロロホルムで抽出した残液に希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

融点〈*2.60*〉　135.5～138.5℃

純度試験　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4.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(2g，105℃，4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0.75gを精密に量り，酢酸(100)50mLを加え，加温して溶かす．冷後，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＝39.14mg $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯法　容器　気密容器．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

Diethylcarbamazine Citrate Tablets

クエン酸ジエチルカルバマジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42)を含む．

製法　本品は「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.1gに対応する量をとり，水10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にライネッケ塩試液1mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相70mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液のジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約2.5mgに対応する容量$V$ mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 / V$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2－アミノベンズイミダゾールの移動相溶液(1→12500)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約50mgに対応する量を精密に量り，移動相70mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2－アミノベンズイミダゾールの移動相溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液950mLにメタノール50mLを加える．

流量：ジエチルカルバマジンの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

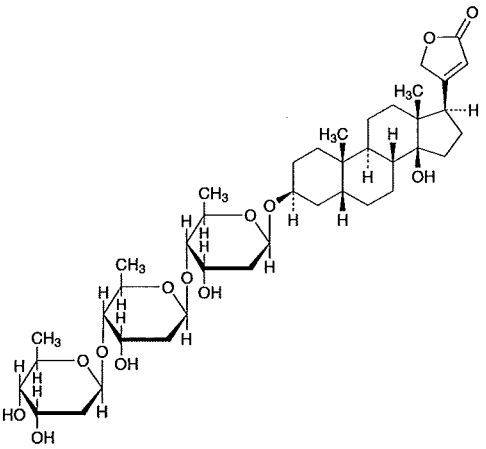
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジエチルカルバマジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ジギトキシン

Digitoxin



$C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94

3β-[2,6-Dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-14-hydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*71-63-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)90.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール(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．

確認試験

（1）　本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLに溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（2）　本品2mgに新たに調製した1,3－ジニトロベンゼンのエタノール(95)溶液(1→100)25mLを加え，振り混ぜて溶かす．この液2mLをとり，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール(95)溶液(1→200)2mLを加えて振り混ぜるとき，液は徐々に赤紫色を呈し，次に退色する．

（3）　本品及びジギトキシン標準品1mgずつをエタノール(95)／クロロホルム混液(1：1)50mL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，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調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110℃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R_f値は等しい．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16～＋18°(乾燥後，0.5g，クロロホルム，20mL，200mm)．

純度試験　ジギトニン　本品10mgをとり，かき傷のない試験管に入れ，エタノール(95)2mLに溶かし，コレステロールのエタノール(95)溶液(1→200)2mLを加えて穏やかに混ぜ，10分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈2.41〉　1.5%以下(0.5g，減圧，100℃，2時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びジギトキシン標準品を乾燥し，その約20mg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200mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え，更に水12.5mLを加えた後，メタノールを加えて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50μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジギトキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液(3→1000000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノール／水混液(3：1)

流量：ジギトキシンの保持時間が約5分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジギトキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が6以上のものを用いる．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジギトキシン錠

Digitoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94)を含む．

製法 本品は「ジギトキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従いジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)2mgに対応する量をとり，分液漏斗に入れ，水30mLを加えて振り混ぜた後，クロロホルム30mLを加え激しく振り混ぜる．クロロホルム抽出液を少量の無水硫酸ナトリウムを置いた漏斗を用いてろ過し，すり合わせのナス型フラスコに入れる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物をクロロホルム10mLに溶かす．この液5mLを内径約10mmの小試験管にとり，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物につき，「ジギトキシン」の確認試験(1)を準用する．

（2） (1)で得たクロロホルム溶液4mLを減圧で加温して蒸発乾固し，残留物に新たに調製した1,3－ジニトロベンゼンのエタノール(95)溶液(1→100)10mLを加え，振り混ぜて溶かす．この液2mLにつき，「ジギトキシン」の確認試験(2)を準用する．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を50mLのビーカーにとり，水0.5mLを加えて崩壊させ，アセトニトリル5mLを加え，時計皿でビーカーを覆い，水浴上で5分間加温する．冷後，ビーカーの中の液を分液漏斗Aに移し，ビーカーはクロロホルム30mL，次いで水20mLで洗い，洗液は分液漏斗Aに合わせ，よく振り混ぜて抽出する．クロロホルム抽出液は，炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)5mLを入れた分液漏斗Bに分取し，振り混ぜて洗った後，クロロホルム層はあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてフラスコにろ過する．分液漏斗Aの水層は更にクロロホルム30mLずつで2回抽出し，それぞれの抽出液は先に用いた分液漏斗B中の炭酸水素ナトリウム溶液で洗った後，同様にろ過し，ろ液は先のろ液に合わせる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物に1mL中にジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)約5μgを含む液となるように薄めたエタノール(4→5)を加えて正確にV mLとし，20分間激しく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を100℃で2時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたエタノール(4→5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール(4→5)2mLずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管T，S及びBに入れる．次に0.02g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液10mLずつを正確に加えて振り混ぜ，直ちに希過酸化水素試液1mLずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，25～30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法 〈2.22〉 により試験を行い，励起の波長400nm，蛍光の波長570nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の量(mg)

$$= M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V / 2000$$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

溶出性 〈6.10〉 試験液に薄めた塩酸(3→500)500mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の30分間及び60分間の溶出率はそれぞれ60%以上及び85%以上である．本品は繰り返し試験の規定を適用しない．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液a＋15mLをとり，直ちに37±0.5℃に加温した同容量の試験液を注意して補う．溶出液は孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．表示量に従いジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)約2μgに対応する容量の試料溶液a mLを正確に量り共栓遠心沈殿管T_{30}に入れ，37±0.5℃で30分間加温する．更に溶出試験開始60分後，溶出液a＋15mLをとり，同様に操作した後，試料溶液a mLを正確に量り，共栓遠心沈殿管T_{60}に入れる．別にジギトキシン標準品を100℃で2時間減圧乾燥し，表示量の100倍量を精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，試験液を加えて正確に500mLとし，37±0.5℃で60分間加温した後，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を標準溶液とする．標準溶液及び試験液a mLずつを正確に量り，共栓遠心沈殿管T_S及びT_Bに入れる．それぞれの共栓遠心沈殿管T_{30}，T_{60}，T_S及びT_Bにクロロホルム7mLずつを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離を行う．水層を除き，クロロホルム層の5mLを正確に量り，それぞれ褐色の試験管T'_{30}，T'_{60}，T'_S及びT'_Bに入れ，この液のクロロホルムを留去した後，0.05g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液4mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，10分間放置する．次に希過酸化水素試液0.5mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25～30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法 〈2.22〉 により試験を行い，励起の波長395nm，蛍光の波長560nmにおける蛍光の強さF_{30}，F_{60}，F_S，及びF_Bを測定する．

30分間におけるジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times (F_{30} - F_B) / (F_S - F_B) \times 1 / C$$

60分間におけるジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times \left(\frac{F_{60} - F_B}{F_S - F_B} + \frac{F_{30} - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{a+15}{500} \right) \times 1 / C$$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の表示量(mg)

a＋15：規定時間の溶出液の採取量(mL)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)約0.5mgに対応する量を精密に量り，水12.5mLを加えて10分間振り混ぜる．次に内標準溶液10mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を100℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，

正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に水12.5mLを加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「ジギトキシン」の定量法を準用する．

ジギトキシン($C_{41}H_{64}O_{13}$)の量(mg)$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/40$

M_S：ジギトキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液(3→1000000)

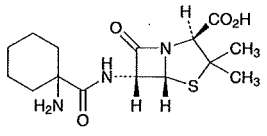
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シクラシリン

Ciclacillin



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(1-Aminocyclohexanecarbonyl)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid

[*3485-14-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，シクラシリン($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクラシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋300～＋315°(2g，水，100mL，100mm)．

純度試験

（1）　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)．

（2）　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)．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びシクラシリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シクラシリン($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

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

M_S：シクラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　オルシンの移動相溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム0.771gを水約900mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH4.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液850mLにアセトニトリル150mLを加える．

流量：シクラシリンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクラシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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シクラシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

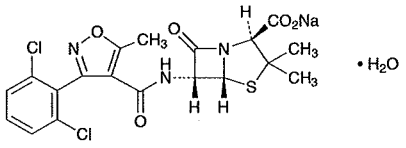
貯法　容器　気密容器．

ジクロキサシリンナトリウム水和物

Dicloxacillin Sodium Hydrate

ジクロキサシリンナトリウム

メチルジクロロフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{16}Cl_2N_3NaO_5S \cdot H_2O$: 510.32

Monosodium(2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2,6-dichlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate

[*13412-64-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり910～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジクロキサシリン($C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_5S$: 470.33)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリン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．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

水分〈*2.48*〉　3.0～4.5%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（iii）　標準溶液　ジクロキサシリンナトリウム標準品約50mg(力価)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50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．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10μg(力価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

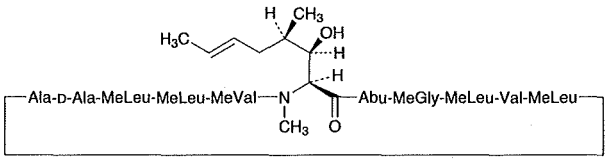
（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

シクロスポリン

Ciclosporin

サイクロスポリンA



Abu = (2*S*)-2-アミノ酪酸
MeGly = *N*-メチルグリシン
MeLeu = *N*-メチルロイシン
MeVal = *N*-メチルバリン

$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$：1202.61

cyclo{-[(2*S*,3*R*,4*R*,6*E*)-3-Hydroxy-4-methyl-2-methylaminooct-6-enoyl]-L-2-aminobutanoyl-*N*-methylglycyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-valyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-alanyl-D-alanyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-valyl-}

[*59865-13-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シクロスポリン($C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクロスポリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－185～－193°(乾燥物に換算したもの0.1g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液(1)，(2)又は(3)より濃くない．

比較液(1)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.8mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

比較液(2)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0mL，塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.3mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.5mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

比較液(3)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

（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)．

（3）　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に200mL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，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の7／10倍より大きくない．また，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の1.5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシクロスポリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たシクロスポリンのピーク面積が，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：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，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びシクロスポリン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約30mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に25mL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*〉により試験を行う．それぞれの液のシクロスポリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シクロスポリン($C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシクロスポリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4mm，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．なお，試料導入部とカラムは内径0.3mm，長さ1mのステンレス管で接続する．

カラム温度：80℃付近の一定温度(試料導入部とカラムを接続するステンレス管を含む．)

移動相：水／アセトニトリル／*tert*－ブチルメチルエーテル／リン酸混液(520：430：50：1)

流量：シクロスポリンの保持時間が約27分になるように調整する．

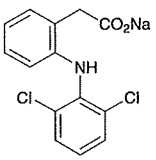
システム適合性

システムの性能：シクロスポリンU 3mgを水／アセトニトリル混液(1：1)2.5mLに溶かし，標準溶液2.5mLを加える．この液20μLにつき，上記の条件で操作す

96　　るとき，シクロスポリンU，シクロスポリンの順に溶
97　　出し，その分離度は1.2以上である．
98　　システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件
99　　で試験を6回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク
100　　面積の相対標準偏差は1.0%以下である．
101　**貯法**
102　　保存条件　遮光して保存する．
103　　容器　気密容器．

ジクロフェナクナトリウム

Diclofenac Sodium



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$：318.13

Monosodium 2-(2,6-dichlorophenylamino)phenylacetate

[*15307-79-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水又は酢酸(100)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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→250)1mLに硝酸1mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品5mgにつき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，淡緑色を呈する．

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

（4）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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)．

（2）　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)．

（3）　類縁物質　本品0.05gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液5mL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，試料溶液から得たジクロフェナクのピーク以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100)(3→2500)混液(4：3)

流量：ジクロフェナクの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジクロフェナクの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル35mg及びパラオキシ安息香酸プロピル0.05gを移動相100mLに溶かし，この液1mLをとり，移動相を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：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，ジクロフェナクのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水40mLに溶かし，希塩酸2mLを加え，生じた沈殿をクロロホルム50mLで抽出する．更にクロロホルム20mLずつで2回抽出し，抽出液は毎回クロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する．分液漏斗の先端及び脱脂綿はクロロホルム15mLで洗い，洗液は抽出液に合わせ，1mol/L塩酸試液のエタノール(99.5)溶液(1→100)10mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

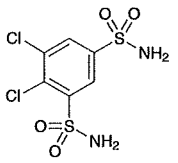
0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝31.81mg $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$

貯法　容器　気密容器．

ジクロフェナミド

Diclofenamide

ジクロルフェナミド



$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16

4,5-Dichlorobenzene-1,3-disulfonamide

[*120-97-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液100mLに溶かす．この液10mLに塩酸0.1mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロフェナミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　237～240℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.10gを*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに溶かし，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．比較液は0.01mol/L塩酸0.45mL，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.160%以下)．

（2）　セレン　本品0.10gに過塩素酸／硫酸混液(1：1)0.5mL及び硝酸2mLを加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸4mLを加えた後，更に水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセレン標準液3mLを正確に量り，過塩素酸／硫酸混液(1：1)0.5mL及び硝酸6mLを加えた後，更に水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれA_T及びA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(30ppm以下)．

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約1000℃とする．

キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（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)．

（4）　類縁物質　本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．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，試料溶液のジクロフェナミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ジクロフェナミドの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジクロフェナミドのピーク面積が，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジクロフェナミドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びジクロフェナミド標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相30mLに溶かし，次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(3→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸ナトリウム試液／アセトニトリル混液(1：1)

流量：ジクロフェナミドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジクロフェナミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジクロフェナミド錠

Diclofenamide Tablets

ジクロルフェナミド錠

本品は定量するとき，表示量の92.0～108.0%に対応するジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16)を含む．

製法　本品は「ジクロフェナミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ジクロフェナミド」0.2gに対応する量をとり，メタノール20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物0.01gを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液100mLに溶かす．この液10mLに塩酸試液0.1mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長284～288nm及び293～297nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を100℃，減圧・0.67kPa以下で5時間乾燥し，その約55mgを精密に量り，エタノール(95)10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mL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につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，移動相25mLを正確に加え，15分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を100℃，減圧・0.67kPa以下で5時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，移動相30mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「ジクロフェナミド」の定量法を準用する．

ジクロフェナミド($C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

M_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量(mg)

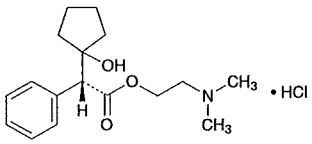
内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(3→5000)

貯法　容器　密閉容器．

シクロペントラート塩酸塩

Cyclopentolate Hydrochloride

塩酸シクロペントラート



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl：327.85

2-(Dimethylamino)ethyl(2*RS*)-2-(1-hydroxycyclopentyl)phenylacetate monohydrochloride

[*5870-29-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シクロペントラート塩酸塩($C_{17}H_{25}NO_3$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又は特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)，酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLにライネッケ塩試液1mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.2gを水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2mLを加え，1分間煮沸する．冷後，硝酸2滴を加えるとき，フェニル酢酸ようのにおいを発する．

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

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

融点〈*2.60*〉　135～138℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mL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）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に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10μL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2－プロパノール／酢酸*n*－ブチル／水／アンモニア水(28)混液(100：60：23：17)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のエタノール(99.5)溶液(1→10)を均等に噴霧し，120℃で30分間加熱した後，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)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)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

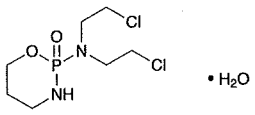
0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.79mg $C_{17}H_{25}NO_3$・HCl

貯法　容器　気密容器．

シクロホスファミド水和物

Cyclophosphamide Hydrate

シクロホスファミド



$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$: 279.10

N,N-Bis(2-chloroethyl)-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-1,3,2-oxazaphosphorin-2-amine 2-oxide monohydrate

[*6055-19-2*]

本品は定量するとき，シクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

融点：45～53℃

確認試験

（1）　本品0.1gを水10mLに溶かし，硝酸銀試液5mLを加えるとき，沈殿を生じない．この液を煮沸するとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

（2）　本品0.02gに薄めた硫酸(1→25)1mLを加え，白煙を生じるまで加熱する．冷後，水5mLを加えて振り混ぜ，アンモニア試液で中和した後，希硝酸を加えて酸性とする．この液はリン酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.40gをとり，20℃以下で試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%以下)．

（3）　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)．

水分〈*2.48*〉　5.5～7.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，塩化水素・エタノール試液15mLを加え，還流冷却器を付け，吸湿を防ぎながら，水浴中で3.5時間加熱した後，エタノールを減圧で留去する．残留物を無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)40mLに溶かし，直ちに0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL
＝13.96mg $C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$

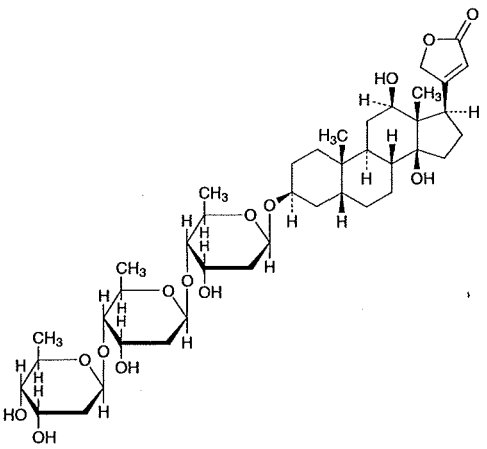
貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジゴキシン

Digoxin



$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94

3β-[2,6-Dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*20830-75-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)96.0～106.0%を含む．

性状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLに溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（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．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋10.0～＋13.0°(乾燥後，0.2g，無水ピリジン，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gに薄めたエタノール(4→5)15mLを加え，70℃に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品25.0mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水10mL及び希エタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にギトキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その5.0mgを正確に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に50mL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．それぞれの液のギトキシンのピーク面積A_T及びA_Sを求めるとき，A_TはA_Sより大きくない．また，試料溶液から得たジゴキシン及びギトキシン以外のピークの合計面積は面積百分率法により求めるとき，3%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLに水10mL及び希エタノールを加えて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2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07～0.13%になることを確認する．

システムの性能：本品25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)5mLを加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0%以下(0.5g，減圧，105℃，1時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びジゴキシン標準品を乾燥し，その約25mgを精密に量り，それぞれを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

$$\text{ジゴキシン}(C_{41}H_{64}O_{14})\text{の量(mg)} = M_S \times Q_T / Q_S$$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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．

カラム温度：30℃付近の一定温度

92　　移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)
93　　流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調
94　　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，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，
98　　その分離度は5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　　に対するジゴキシン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**
104　保存条件　遮光して保存する．
105　容器　気密容器．

ジゴキシン錠

Digoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～105.0%に対応するジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94)を含む．

製法 本品は「ジゴキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジゴキシン」0.5mgに対応する量をとり，メタノール2mLを加えて，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品0.5mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(7：3)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，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(3→100)1容量にトリクロロ酢酸のエタノール(99.5)溶液(1→4)4容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱した後，紫外線(主波長366nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品20個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「ジゴキシン」2.5mgに対応する量を量り，希エタノール30mLを加え，20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜる．冷後，希エタノールを加えて50mLとし，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．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，ジゴキシン以外のピークの合計量は5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLに水10mL及び希エタノールを加えて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2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07～0.13%になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)5mLを加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水0.5mLを加えて崩壊させ，内標準溶液0.5mLを正確に加えた後，1mL中にジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約21μgを含む液となるように希エタノールVmLを加え20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．更に，この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液0.5mLを正確に加え，水1.5mL及び希エタノール(V－2)mLを加えて標準溶液とする．以下定量法を準用する．

$$\text{ジゴキシン}(C_{41}H_{64}O_{14})\text{の量(mg)} = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/200$$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピル1gをエタノール(95)に溶かし，40000／VmLとする．

溶出性〈6.10〉 試験液に薄めた塩酸(3→500)500mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は65%以上である．本品は繰り返し試験の規定を適用しない．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，少量のエタノール(95)に溶かした後，エタノール(95)／水混液(4：1)を加えて正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液2mLずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管に入れる．これらに0.012g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液10mLずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに希過酸化水素試液1mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25～30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起波長360nm，蛍光波長485nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

$$\text{ジゴキシン}(C_{41}H_{64}O_{14})\text{の表示量に対する溶出率(\%)} = M_S \times (F_T - F_B)/(F_S - F_B) \times 1/C$$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約2.5mgに対応する量を精密に量り，希エタノール30mLを加え，20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜる．内標準溶液5mLを正確に加え，希エタノールを加えて50mLとし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，温エタノール

(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジゴキシン注射液

Digoxin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～105.0%に対応するジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94)を含む．

製法　本品は「ジゴキシン」を10～50vol%エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い1mL中に「ジゴキシン」約0.25mgを含む液となるように必要ならばメタノールを加え，試料溶液とする．なお，他成分の影響を受ける場合は固相抽出などを行う．別にジゴキシン標準品0.5mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(7：3)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，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(3→100)1容量にトリクロロ酢酸のエタノール(99.5)溶液(1→4)4容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱した後，紫外線(主波長366nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

アルコール数〈1.01〉　0.8～1.2(第1法)．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「ジゴキシン」約2.5mgに対応する容量を量り，希エタノールを加えて50mLとし，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，ジゴキシンのピーク以外のピークの合計量は5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLに，水10mL及び希エタノールを加えて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2mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07～0.13%になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン25mgを温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100mLとする．この液10mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)5mLを加えた後，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　200EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約2.5mgに対応する量を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に希エタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25mgを精密に量り，温エタノール(95)50mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，水10mL及び希エタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

次硝酸ビスマス

Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス(Bi：208.98)71.5～74.5%を含む．

性状 本品は白色の粉末である．

本品は水，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．

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが，泡立たない．

本品はわずかに吸湿性があり，潤した青色リトマス紙に接触するとき，これを赤変する．

確認試験 本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.7gを水2mL及び硝酸2mLに溶かし，これに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は硝酸2mLを水浴上で蒸発乾固し，0.01mol/L塩酸0.70mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)．

（2） 硫酸塩 本品3.0gを加温した硝酸3.0mLに溶かし，この液を水100mL中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発して30mLとし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5mLに硝酸バリウム試液2～3滴を加えるとき，混濁しない．

（3） アンモニウム 本品0.10gに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4） 銅 (2)の試料溶液5mLにアンモニア試液2mLを加え，ろ過した液は青色を呈しない．

（5） 鉛 本品1.0gに水酸化カリウム溶液(1→6)5mLを加え，注意しながら2分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液10滴を加え，酢酸(100)を1滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない．

（6） 銀 (2)の試料溶液5mLに硝酸0.5mL及び希塩酸2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

（7） アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品2.0gに薄めた酢酸(31)(1→2)40mLを加え，2分間煮沸し，冷後，水を加えて40mLとし，ろ過する．ろ液20mLに希塩酸2mLを加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じた後，ろ過し，残留物を水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は5.0mg以下である．

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.20gに硫酸2mLを加え，白煙を発生するまで加熱し，注意して水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行う(10ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0%以下(2g，105℃，2時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，薄めた硝酸(2→5)5mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水200mLを加え，0.02mol/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(指示薬：キシレノールオレンジ試液5滴)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が黄色に変わるときとする．

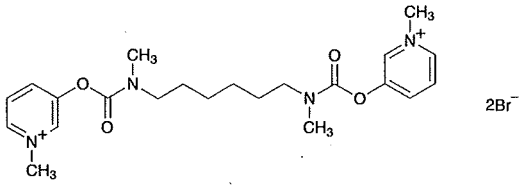
0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝4.180mg Bi

貯法 容器 密閉容器．

ジスチグミン臭化物

Distigmine Bromide

臭化ジスチグミン



$2Br^-$

$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32

3,3′-[Hexamethylenebis(methyliminocarbonyloxy)]bis(1-methylpyridinium)dibromide

[*15876-67-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい．

本品の水溶液(1→100)のpHは5.0～5.5である．

本品はやや吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約150℃(分解)．

確認試験

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

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

（3）　本品の水溶液(1→10)5mLに希硝酸2mLを加えた液は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.25gを水5mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)．

（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)．

（4）　類縁物質　本品40mg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セルロース(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1-ブタノール／水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(8：3：2：1)を展開溶媒として約13cm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．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た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．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(8：1)60mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法，白金電極)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.82mg $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジスチグミン臭化物錠

Distigmine Bromide Tablets

臭化ジスチグミン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32)を含む．

製法　本品は「ジスチグミン臭化物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長268～272nmに吸収の極大を示し，波長239～243nmに吸収の極小を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液30mLを加え，1時間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約30μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times (A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1}) \times V' / V \times 1/20$

M_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水500mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用臭化ジスチグミン(別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に500mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1/C \times 10$

M_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量(mg)
C：1錠中のジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約15mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液30mLを加えて1時間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用臭化ジスチグミン(別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長270nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}並びに241nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}を測定する．

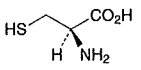
ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times (A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1}) \times 1/2$

M_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

L−システイン

L-Cysteine



$C_3H_7NO_2S$：121.16

(2*R*)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid

[*52-90-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L−システイン($C_3H_7NO_2S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味はえぐい．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は1mol/L塩酸試液に溶ける．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋8.0～＋10.0°(乾燥物に換算したもの2g，1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.25gを水50mLに溶かした液のpHは4.7～5.7である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.30gを薄めた硝酸(1→4)10mLに溶かし，過酸化水素(30)10mLを加え，沸騰水浴中で20分間加熱後，冷却し，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0.35mLを加える(0.041%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gを水30mL及び希塩酸3mL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0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液4mLずつを加える(0.028%以下)．

（4）　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．

（5）　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1.0mLを加える(10ppm以下)．

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

（7）　類縁物質　本品0.10gを*N*−エチルマレイミド溶液(1→50)に溶かし，正確に10mLとし，30分間放置後，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，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(1)とする．別にL−シスチン0.10gを0.5mol/L塩酸に溶かし，正確に20mL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(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に1−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℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，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．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)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，減圧，酸化リン(V)，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

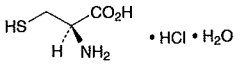
定量法　本品約0.2gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ水20mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム4gを溶かした後，直ちに氷水中に入れ，希塩酸5mL及び0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え，20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝12.12mg $C_3H_7NO_2S$

貯法　容器　気密容器．

Lーシステイン塩酸塩水和物

L-Cysteine Hydrochloride Hydrate



$C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$: 175.63

(2*R*)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid monohydrochloride monohydrate

[*7048-04-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，Lーシステイン塩酸塩($C_3H_7NO_2S \cdot HCl$: 157.62)98.5～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおい及び強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は6mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

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

（2） 本品の水溶液(1→50)10mLに過酸化水素(30)1mLを加え，水浴上で20分間加熱した後，冷却した液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$: +6.0～+7.5°(乾燥物に換算したもの2g，6mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは1.3～2.3である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.8gを水30mL及び希塩酸3mLに溶かし，水を加えて50mLとした液を検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液4mLずつを加える(0.021%以下)．

（3） アンモニウム〈*1.02*〉 本品0.25gをとり，試験を行う．比較液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．

（4） 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1.0mLを加える(10ppm以下)．

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

（6） 類縁物質 本品0.10gを*N*ーエチルマレイミド溶液(1→50)に溶かし，10mLとし，30分間放置後，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mL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1ーブタノール／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℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10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．

乾燥減量〈*2.41*〉 8.5～12.0%(1g，減圧，酸化リン(V)，20時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

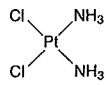
定量法 本品約0.25gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ，水20mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム4gを溶かした後，直ちに氷水中に入れ，希塩酸5mL及び0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え，20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝15.76mg $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器．

シスプラチン

Cisplatin



$Cl_2H_6N_2Pt$：300.05

(*SP*-4-2)-Diamminedichloroplatinum

[*15663-27-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シスプラチン($Cl_2H_6N_2Pt$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)5mLに塩化スズ(Ⅱ)二水和物溶液(1→100)2～3滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品の塩化ナトリウムの0.01mol/L塩酸試液溶液(9→1000)溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシスプラチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液(1→2000)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　アンミントリクロロ白金酸アンモニウム　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50mgを塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウムを80℃で3時間乾燥し，その10mgを塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かして正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，塩化ナトリウム溶液(9→1000)を加えて，正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：209nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に第四級アンモニウム基を導入した10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→800)

流量：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(1g，105℃，4時間)．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシスプラチン標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に25mL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40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のシスプラチンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定する．

シスプラチン($Cl_2H_6N_2Pt$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：シスプラチン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：310nm)

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アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸エチル／メタノール／水／*N,N*－ジメチルホルムアミド混液(25：16：5：5)

流量：シスプラチンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

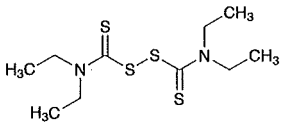
システムの性能：標準溶液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジスルフィラム

Disulfiram



$C_{10}H_{20}N_2S_4$：296.54

Tetraethylthiuram disulfide

[*97-77-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジスルフィラム($C_{10}H_{20}N_2S_4$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

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

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

融点〈*2.60*〉　70～73℃

純度試験

（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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　ジエチルジチオカルバミン酸　本品0.10gをトルエン10mLに溶かし，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20)10mLを加えて振り混ぜる．水層を分取し，トルエン10mLで洗った後，硫酸銅(Ⅲ)五水和物溶液(1→250)5滴及びトルエン2mLを加えて，振り混ぜ，静置するとき，トルエン層は淡黄色を呈さない．

（4）　類縁物質　本品50mgをメタノール40mLに溶かし，水を加えて50mL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200mL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．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，試料溶液のジスルフィラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジスルフィラムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径約5mm，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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(7：3)

流量：ジスルフィラムの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：本品50mg及びベンゾフェノン50mgをメタノール40mLに溶かし，水を加えて50mLとする．この液1mLを量り，移動層を加えて200mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾフェノン，ジスルフィラムの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たジスルフィラムのピーク高さが15～30mmになるように調整する．

面積測定範囲：ジスルフィラムの保持時間の約3.5倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(2g，シリカゲル，24時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

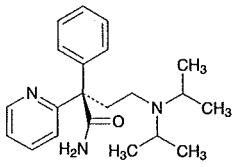
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，アセトン20mLに溶かし，次に水1.5mL及びヨウ化カリウム1.0gを加え，よく振り混ぜて溶かす．これに塩酸3.0mLを加え，密栓して振り混ぜ，暗所に3分間放置した後，水70mLを加え，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝14.83mg $C_{10}H_{20}N_2S_4$

貯法　容器　気密容器．

ジソピラミド

Disopyramide



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{29}N_3O$：339.47

(2*RS*)-4-Bis(1-methylethyl)amino-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)butanamide

[*3737-09-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジソピラミド($C_{21}H_{29}N_3O$)98.5%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．

本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，無水酢酸，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→20)1mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は172～176℃である．

（2）　本品の0.05mol/L硫酸・メタノール試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(269nm)：194～205(10mg，0.05mol/L硫酸・メタノール試液，500mL)．

純度試験

（1）　**重金属**〈*1.07*〉　本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにエタノール(95)10mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2）　**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)．

（3）　**類縁物質**　本品0.40g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400mL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1－ブタノール／水／アンモニア水(28)混液(45：4：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，80℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

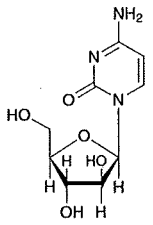
定量法　本品約0.25gを精密に量り，酢酸(100)30mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.97mg $C_{21}H_{29}N_3O$

貯法　容器　気密容器．

シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$：243.22

1-β-D-Arabinofuranosylcytosine

[*147-94-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シタラビン($C_9H_{13}N_3O_5$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約214℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋154～＋160°(乾燥後，0.1g，水，10mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である．

純度試験

（1）　**溶状**　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色透明である．

（2）　**塩化物**〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下)．

（3）　**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)．

（4）　**類縁物質**　本品0.10g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200mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1)10mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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．次に水飽和1-ブタノールを展開溶媒として約12cm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(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．また，この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

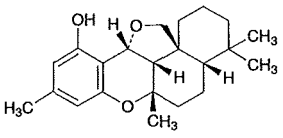
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝12.16mg $C_9H_{13}N_3O_5$

貯法　容器　気密容器．

シッカニン

Siccanin



$C_{22}H_{30}O_3$：342.47

(4a*S*,6a*S*,11b*R*,13a*S*,13b*S*)-4,4,6a,9-Tetramethyl-1,2,3,4,4a,5,6,6a,11b,13b-decahydro-13*H*-benzo[*a*]furo[2,3,4-*mn*]xanthen-11-ol

[*22733-60-4*]

本品は，*Helminthosporium siccans*の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり980～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，シッカニン($C_{22}H_{30}O_3$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→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又はシッカニン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－165～－175°(0.1g，エタノール(99.5)，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　138～142℃

純度試験

（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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.20gをアセトン10mL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．次にシクロヘキサン／アセトン混液(5：1)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4－クロロベンゼンジアゾニウム塩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，3個以下で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，減圧・0.67kPa以下，80℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びシッカニン標準品約50mg(力価)に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，正確に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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シッカニン($C_{22}H_{30}O_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：シッカニン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　1,4－ジフェニルベンゼンのメタノール溶液(1→30000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH5.9のリン酸塩緩衝液混液(19：6)

流量：シッカニンの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

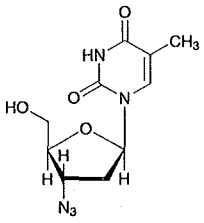
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シッカニン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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シッカニンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジドブジン

Zidovudine



$C_{10}H_{13}N_5O_4$：267.24

3′-Azido-3′-deoxythymidine

[*30516-87-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジドブジン($C_{10}H_{13}N_5O_4$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄褐色となる．

融点：約124℃

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジドブジン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びジドブジン標準品をそれぞれ少量の水に溶かした後，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋60.5～＋63.0°(脱水物に換算したもの0.5g，エタノール(99.5)，50mL，100mm)．

純度試験

(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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

(2)　1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，トリフェニルメタノール及びその他の類縁物質　本品0.20gをとり，メタノールに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用チミン，薄層クロマトグラフィー用1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン及び薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール20mgずつをとり，試料溶液1mLを加え，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mL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／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約12cm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，標準溶液から得た1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミンの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，標準溶液のスポットより濃くなく，試料溶液から得た主スポット，チミン及び1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミンのスポット以外のスポットは標準溶液から得たジドブジンのスポットより濃くない．ただし，標準溶液の3つのスポットはR_f値の小さい順に，チミン，1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，ジドブジンのスポットである．更に，これにバニリンの硫酸溶液(1→100)を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たトリフェニルメタノールの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，標準溶液のスポットより濃くない．

(3)　チミン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジン及びその他の類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用チミン約20mgを精密に量り，メタノール100mLに溶かし，移動相を加えて，正確に250mL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，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．それぞれの液のチミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式によりチミンの量を求めるとき，2.0%以下である．また，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりチミン以外の類縁物質の量を求めるとき，ジドブジンに対する相対保持時間が1.2の3′－クロロ－3′－デオキシチミジンは1.0%以下，その他の類縁物質は0.5%以下である．また，上記で得たチミン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジン及びその他の類縁物質の合計を求めるとき，3.0%以下である．

$$\text{チミンの量(\%)} = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 10$$

M_S：液体クロマトグラフィー用チミンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドブジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に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20mLとする．この液10μLから得たジドブジンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のジドブジンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.25g，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g)．

定量法　本品及びジドブジン標準品(別途「ジドブジン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に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〉により試験を行い，それぞれの液のジドブジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジドブジン($C_{10}H_{13}N_5O_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したジドブジン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(4：1)

流量：ジドブジンの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品50mgを移動相50mLに溶かす．別に液体クロマトグラフィー用3′−クロロ−3′−デオキシチミジン5mgを移動相50mLに溶かす．これらの液をそれぞれ10mL及び1mLをとり，移動相を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジドブジン，3′−クロロ−3′−デオキシチミジンの順に溶出し，その分離度は1.4以上であり，ジドブジンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジドブジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

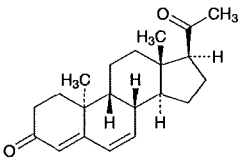
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジドロゲステロン

Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

9β,10α-Pregna-4,6-diene-3,20-dione

[*152-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

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溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgに4－メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液5mL及び硫酸2～3滴を加え，水浴中で2分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－470～－500°(乾燥後，0.1g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　167～171℃

純度試験

（1）　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)．

（2）　類縁物質　本品10mgを移動相200mL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．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，試料溶液のジドロゲステロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジドロゲステロンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径約4mm，長さ約15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／エタノール(95)／アセトニトリル混液(53：26：21)

流量：ジドロゲステロンの保持時間が約12分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びプロゲステロン1mgずつを移動相20mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジドロゲステロン，プロゲステロンの順に溶出し，その分離度が8以上のものを用いる．ただし，測定波長は，265nmとする．

検出感度：標準溶液10μLから得たジドロゲステロンのピーク高さが5～10mmになるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドロゲステロンの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，24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50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，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100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長286nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)＝A／845 × 100000

貯法　容器　気密容器．

ジドロゲステロン錠

Dydrogesterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$：312.45)を含む．

製法　本品は「ジドロゲステロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジドロゲステロン」0.05gに対応する量をとり，メタノール50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLを水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ジドロゲステロン」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)のろ液1mLをとり，メタノールを加えて200mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長284～288nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，粉砕し，メタノールを加えて正確に100mLとする．錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液20mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1mL中にジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約5μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/20$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，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につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長296nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 9$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)
C：1錠中のジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約10mgに対応する量を精密に量り，メタノール50mLを加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンを酸化リン(V)を乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長286nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

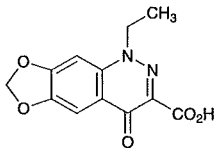
ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

シノキサシン

Cinoxacin



$C_{12}H_{10}N_2O_5$：262.22

5-Ethyl-8-oxo-5,8-dihydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]cinnoline-7-carboxylic acid

[*28657-80-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は*N,N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（1）　本品30mgを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液1mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて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．

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

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20gを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，0.1mol/L塩酸試液20mLを加えて振り混ぜ，ろ過し，ろ液に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.20mL，希水酸化ナトリウム試液10mL，0.1mol/L塩酸試液20mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（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)．

（3）　類縁物質　本品10mgをアセトン10mL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．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(14：4：1)を展開溶媒として約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．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，1時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)60mLを加え，加温して溶かす．冷後，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＝26.22mg $C_{12}H_{10}N_2O_5$

貯法　容器　気密容器．

シノキサシンカプセル

Cinoxacin Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$：262.22)を含む．

製法　本品は「シノキサシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「シノキサシン」10mgに対応する量をとり，アセトン20mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液3mLをとり，アセトンを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシン10mgをとり，アセトン20mLに溶かす．この液3mLをとり，アセトンを加えて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．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(14：4：1)を展開溶媒として約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及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，希水酸化ナトリウム試液40mLを加えて微温湯中で時々振り混ぜながらカプセルを溶かし，冷後，水を加えてよく振り混ぜた後，1mL中にシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約1mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約0.2gを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液40mLに溶かし，水を加えて正確に200mLとする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長354nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長351nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)
C：1カプセル中のシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，少量のジエチルエーテルで洗い，室温に放置してジエチルエーテルを揮散させた後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長354nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

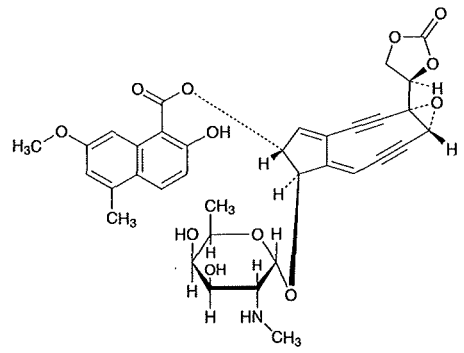
貯法　容器　密閉容器．

ジノスタチン スチマラマー

Zinostatin Stimalamer

ジノスタチンスチマラマー

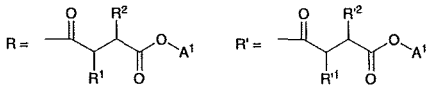
クロモフォア部分



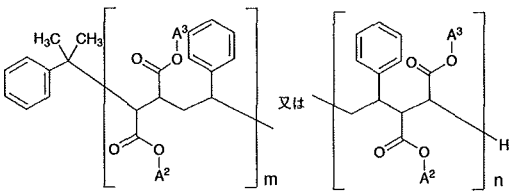
(4*S*,6*R*,11*R*,12*R*)-11-[α-D-2,6-Dideoxy-2-(methylamino)-galactopyranosyloxy]-4-[(4*R*)-2-oxo-1,3-dioxolan-4-yl]-5-oxatricyclo[8.3.0.0^{4,6}]trideca-1(13),9-diene-2,7-diyn-12-yl 2-hydroxy-7-methoxy-5-methylnaphthalene-1-carboxylate

スチレン－マレイン酸交互共重合体が結合したアポプロテイン部分

R-Ala-Ala-Pro-Thr-Ala-Thr-Val-Thr-Pro-Ser-Ser-Gly-Leu-Ser-Asp-Gly-Thr-Val-
R'
Val-Lys-Val-Ala-Gly-Ala-Gly-Leu-Gln-Ala-Gly-Thr-Ala-Tyr-Asp-Val-Gly-Gln-Cys-Ala-Trp-Val-Asp-Thr-Gly-Val-Leu-Ala-Cys-Asn-Pro-Ala-Asp-Phe-Ser-Ser-Val-Thr-Ala-Asp-Ala-Asp-Gly-Ser-Ala-Ser-Thr-Ser-Leu-Thr-Val-Arg-Arg-Ser-Phe-Glu-Gly-Phe-Leu-Phe-Asp-Gly-Thr-Arg-Trp-Gly-Thr-Val-Asp-Cys-Thr-Thr-Ala-Ala-Cys-Gln-Val-Gly-Leu-Ser-Asp-Ala-Ala-Gly-Asn-Gly-Pro-Glu-Gly-Val-Ala-Ile-Ser-Phe-Asn



R^1 及び R^2 は，互いに異なりそれぞれ



を表す．R'^{1} 及び R'^{2} も同様である．

A^1 = H 又は NH_4

A^2, A^3 = H 又は NH_4 又は C_4H_9 (A^2, A^3 が共に C_4H_9 を示すことはない)

m + n ：平均約 5.5

[*123760-07-6*]

本品はクロモフォアとアポプロテイン(113個のアミノ酸よりなるポリペプチド)よりなるジノスタチン1分子に，部分ブチルエステル化したスチレン－マレイン酸交互共重合体2分子を結合させて得られる平均分子量約15000の物質である．交互共重合体はアポプロテインのN末端のアラニンのα－アミノ基及び20位のリジンのε－アミノ基とアミド結合している．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1080μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジノスタチンスチマラマーとしての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は微黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，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．

確認試験

（1） 本品10mgを水酸化ナトリウム試液1mLに溶かし，硫酸銅(II)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品1mgをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液1mLに溶かし，トリクロロ酢酸溶液(1→5)0.5mLを加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品及びジノスタチンスチマラマー標準品のpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→2500)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ジノスタチンスチマラマー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．

（4） 本品及びジノスタチンスチマラマー標準品につき，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ジノスタチンスチマラマー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．

吸光度 〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$(268nm)：15.5～18.5(脱水物に換算したもの4mg，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，10mL)．

旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：－30.0～－38.0°(脱水物に換算したもの20mg，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，5mL，100mm)．

pH 〈2.54〉 本品10mgを水1mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品20mgをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液2mLに溶かすとき，液は澄明である．この液に0.05mol/Lリン酸塩緩衝液3mLを加え，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.25以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品40mgを正確に量り，るつぼに入れ，第2法により炭化及び灰化した後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，その質量M_T gを量る．次に，残留物を薄めた塩酸(1→5)0.1mLで潤し，水1mL，薄めたアンモニア試液(1→2)85μL及び希酢酸0.1mLを加え，更に水を加えてその質量をM_T＋2.0gとする．この液に薄めたアンモニア試液(1→20)又は薄めた塩酸(1→50)を加え，pHを3.2～3.4とした後，水を加えてその質量をM_T＋2.5gとし，検液とする．別に試料を用いないで検液の調製と同様に操作し，空試験液とする．また，硝酸2mL，硫酸5滴及び塩酸2mLをとり，第2法により蒸発乾固する．冷後，その質量M_S gを量る．次に，残留物を薄めた塩酸(1→5)0.1mLで潤し，以下検液の調製と同様に操作し，pHを3.2～3.4とした後，鉛標準液80μLを加え，更に水を加えてその質量をM_S＋2.5gとし，比較液とする．検液，空試験液及び比較液に，それぞれ薄めた硫化ナトリウム試液(1→6)10μLを加えて混和し，5分間放置した後，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長400nmにおける吸光度A_T，A_0及びA_Sを測定するとき，$A_T - A_0$は$A_S - A_0$より大きくない(20ppm以下)．

（3） スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル及びネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物

(i) 試液

溶液A 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール36.6gを1mol/L塩酸試液48mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.23mL及び水に溶かし，100mLとする．

溶液B アクリルアミド33.3g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド0.89gを水に溶かし，100mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液C 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール5.98gを1mol/L塩酸試液48mL，*N,N,N′,N′*－テトラメチルエチレンジアミン0.46mL及び水に溶かし，100mLとする．

溶液D アクリルアミド10.0g及び*N,N′*－メチレンビスアクリルアミド2.5gを水に溶かし，100mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液E リボフラビン4mgを水に溶かし，100mLとする．遮光して冷所に保存する．

溶液F 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール3.0g及びグリシン14.4gを水に溶かし，500mLとする．

試料用緩衝液 溶液C50mLに水20mL及びグリセリン溶液(3→5)10mLを加える．

(ii) ゲル

分離ゲル 溶液A2.5mLと溶液B7.5mLを混合する．この混合液及び用時調製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液(7→5000)10mLを減圧で脱気した後，混合する．この液を内径5mm，長さ10cmのガラス管に下端から7cmまで流し込み，その上に水を静かに重層し，60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

濃縮ゲル 溶液C1mL，溶液D2mL，溶液E1mL及び水4mLを混合した濃縮ゲル溶液を分離ゲルの上に0.2mL流し込み，その上に水を静かに重層し，蛍光灯下で60分間静置してゲル化させる．ゲル化終了後，重層した水を除く．

(iii) 標準溶液 脱水物に換算したスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル約6mgを精密に量り，試料用緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．別に脱水物に換算したネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物約6mgを精密に量り，試料用緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．これらの液1mLずつを正確に量り，試料用緩衝液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．

(iv) 試料溶液 本品の換算した脱水物約5mgを精密に量り，試料用緩衝液に溶かし，正確に10mLとする．

(v) 操作法 ゲルを電気泳動装置に取り付ける．上部電極槽(陰極)に溶液F200mL及びブロモフェノールブルー溶液(1→100000)2mLの混合液を加え，下部電極槽(陽極)に溶液F300mLを加える．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，別々のゲルの上部に静かに重層した後，室温で泳動する．ブロモフェノールブルーの帯が濃縮ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり2mAの電流を通じ，分離ゲル内を移動中は，ゲル1本当たり4mAの電流を通じる．ブロモフェノールブルーの帯が分離ゲル上端から5cmに達したとき，泳動を終了させる．

(vi) 染色及び脱色 クーマシーブリリアントブルーG－250 0.1gをトリクロロ酢酸溶液(1→2)100mLに溶かし，用時，この液1容量と水2容量を混合した液に15時間浸して染色した後，酢酸(100)溶液(7→100)約20mLに浸し，脱色する．この液をゲルの背景が無色になるまで繰り返し交換する．

(vii) 測定 デンシトメーターを用いて波長600nmにおける吸光度より試料溶液及び標準溶液のスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル及びネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物のピーク面積A_{T1}，A_{T2}，A_{S1}及びA_{S2}を測定する．次式によりスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル及びネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量を求めるとき，それぞれ3.0%以下である．

スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの量(%)

$$= M_{S1} / M_T \times A_{T1} / A_{S1} \times 5 / 2$$

ネオカルノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の量(%)

$$= \{M_{S2} \times (P_S / 100)\} / M_T \times A_{T2} / A_{S2} \times 5 / 2$$

M_{S1}：脱水物に換算したスチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステルの秤取量(mg)

M_{S2}：脱水物に換算したネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の秤取量(mg)

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

P_S：ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル2対3縮合物の純度(%)

(4) ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物 本品の換算した脱水物約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に1mLとし，試料原液とする．別にネオカルチノスタチン(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準原液とする．試料原液及び標準原液0.2mLずつを正確に量り，それぞれに四ホウ酸ナトリウム十水和物38.1gを希水酸化ナトリウム試液に溶かし，1000mLとした液1.5mLを正確に加え，次に2,4,6－トリニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液(1→20)1.2mLを正確に加え，室温で10分間放置した後，亜硫酸ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液6mLを正確に加えてよく振り混ぜ，試料溶液及び標準溶液とする．別に試料原液0.2mLを正確に量り，これに四ホウ酸ナトリウム十水和物38.1gを希水酸化ナトリウム試液に溶かし，1000mLとした液1.5mL及び水1.2mLをそれぞれ正確に加え，室温で10分間放置した後，亜硫酸ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液6mLを正確に加えてよく振り混ぜ，空試験液とする．試料溶液，標準溶液及び空試験液0.25mLを正確に量り，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．試料溶液のネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物のトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体のピーク面積A_T，それとほぼ同一保持時間の標準溶液のネオカルチノスタチンのトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体のピーク面積A_S及び空試

験液のピーク面積A_0を測定する．次式によりネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物の量を求めるとき，5.0%以下である．

ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物の量(%)

$$=M_S/M_T \times (A_T-A_0)/A_S \times 2 \times 2.280$$

M_S：脱水物に換算したネオカルチノスタチンの秤取量(mg)

M_T：脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：可視吸光光度計(測定波長：436nm)

カラム：内径7.5mm，長さ75mmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんし，プレカラムとする．また，内径7.5mm，長さ60cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんし，分離用カラムとし，プレカラムに連結する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.78g及び無水リン酸水素二ナトリウム5.52gを水に溶かし，1000mLとする．

流量：ネオカルチノスタチン・スチレン－マレイン酸交互共重合体部分ブチルエステル1対1縮合物のトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体の保持時間が約21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：標準原液0.25mLにつき，測定波長254nmにおいて上記の条件で操作するとき，ネオカルチノスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液0.25mLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，ネオカルチノスタチンのトリニトロベンゼンスルホン酸誘導体のピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

(5) 工程由来の無機塩類 別に規定する．

水分 〈2.48〉 12.0%以下(10mg，電量滴定法)．

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．ただし，(iii)，(iv)及び(v)の操作は直接又は間接の日光を避けて行う．

(i) 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる．

(ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9～8.1とする．

(iii) 標準溶液 ジノスタチンスチマラマー標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，高濃度標準溶液とする．高濃度標準溶液5mLを正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，低濃度標準溶液とする．

(iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，高濃度試料溶液とする．高濃度試料溶液5mLを正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，低濃度試料溶液とする．

(v) 操作法 培養前に，3～5℃で2時間放置する．

貯法

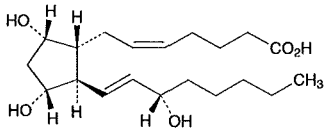
保存条件 遮光して，－20℃以下で保存する．

容器 気密容器．

ジノプロスト

Dinoprost

プロスタグランジン$F_{2\alpha}$



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

(5*Z*)-7-{(1*R*,2*R*,3*R*,5*S*)-3,5-Dihydroxy-2-[(1*E*,3*S*)-3-hydroxyoct-1-en-1-yl]cyclopentyl}hept-5-enoic acid

[*551-11-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジノプロスト($C_{20}H_{34}O_5$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色のろう状の塊又は粉末，若しくは無色～淡黄色澄明の粘稠性のある液で，においはない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品5mgに硫酸2mLを加え，5分間振り混ぜて溶かすとき，液は暗赤色を呈する．この液に硫酸30mLを追加するとき，液はだいだい黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（2）　本品1mgを薄めた硫酸(7→10)50mLに溶かし，50℃の水浴中で40分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を40℃に加温して液状としたものにつき，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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24～＋31°(0.2g，エタノール(99.5)，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gをエタノール(99.5)5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　類縁物質　本品10mgをメタノール2mLに溶かし，更に水を加えて10mLとし，試料溶液とする．試料溶液3mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→5)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．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，試料溶液のジノプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のジノプロストのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

カラム：内径約5mm，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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

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(5：2)

流量：ジノプロストの保持時間が約20分になるように調整する．

カラムの選定：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル0.01gずつをメタノール2mLに溶かし，更に水を加えて10mLとする．この液1mLをとり，薄めたメタノール(1→5)を加えて30mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度が2.5以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液から得たジノプロストのピーク高さがフルスケールの5～15%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジノプロストの保持時間の約1.5倍の範囲

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約50mgを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，窒素気流中で0.02mol/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)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝7.090mg $C_{20}H_{34}O_5$

貯法

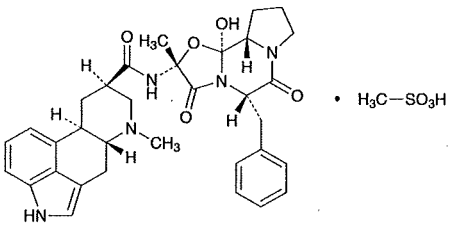
保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩

Dihydroergotamine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴタミン



$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：679.78

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methyl-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*6190-39-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩($C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色又は灰白色～帯赤白色の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約214℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1mgをL－酒石酸溶液(1→100)5mLに溶かし，この液1mLに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　本品0.1gに水酸化ナトリウム0.4gを加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，灰化する．冷後，残留物に水10mLを加え，沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に塩酸0.5mLを加えた液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．別に本品0.1gに希塩酸5mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は澄明である．

（3）　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．

（4）　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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16.7～－22.7°(乾燥物に換算したもの0.5g，エタノール(99.5)／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(10：10：1)，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.05gを水50mLに溶かした液のpHは4.4～5.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをメタンスルホン酸溶液(7→100)0.1mL及び水50mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液(1)又は(2)より濃くない．

比較液(1)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.6mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.15mLをそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

比較液(2)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.6mL，塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.25mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.1mLをそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100mLとする．

（2）　類縁物質　本操作は，光を避けて，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをクロロホルム／メタノール混液(9：1)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確にとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)とする．この液10mLを正確にとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に25mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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．次にジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：6：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を冷風で1分以内に乾燥する．直ちに，新たに調製したジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：6：1)を展開溶媒として約15cm再び展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，薄層板を温風で乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，かつ標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，100℃，6時間)．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(10：1)170mLに溶かし，0.02mol/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．

0.02mol/L過塩素酸1mL＝13.60mg $C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

貯法

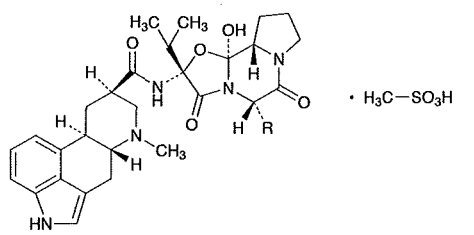
保存条件　遮光して保存する．

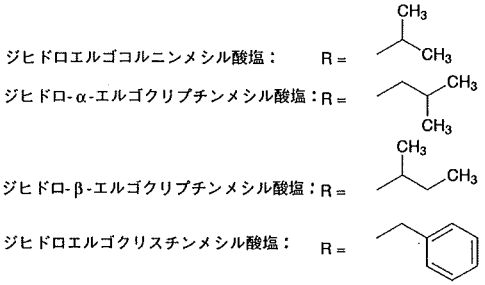
容器　気密容器．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩

Dihydroergotoxine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴトキシン





ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩

$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：659.79

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′,5′-bis(1-methylethyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(2-methylpropyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(1-methylpropyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩

$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：707.84

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-(1-methylethyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*8067-24-1*，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩[ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩($C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩($C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の混合物]を97.0～103.0%含み，ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩($C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩($C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の相対含量はそれぞれ30.3～36.3%である．また，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)とジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の相対含量比は1.5～2.5：1である．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋11.0～＋15.0°(脱水物に換算したもの0.2g，希エタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水20mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液よりも濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0mLに硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.4mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mLに薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に200mLとする．

（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)．

（3）　類縁物質　本品0.100gを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)に溶かし，正確に5mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン10mgを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液6mL，4mL及び2mLをそれぞれ正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて，それぞれ正確に10mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．ただし，展開用容器にろ紙を入れない．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)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．次にジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：3：1)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を冷風で乾燥し，直ちに新たに調製したジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：3：1)を展開溶媒とし再び約15cm展開した後，薄層板を1分以内に冷風で乾燥させる．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液を均等に噴霧し，冷風で2分以内に乾燥し，次に40℃で15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(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下で，かつ標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは4個以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法

（1）　ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩　本品及びジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品約30mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，次

に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(3：1)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20μL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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比を求め，次式によりジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩の量を求める．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩の量(mg)
$= M_S \times (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) / (Q_{SA} + Q_{SB} + Q_{SC} + Q_{SD})$

M_S：脱水物に換算したジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)
Q_{TA}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80
Q_{TB}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ－α－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
Q_{TC}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85
Q_{TD}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
Q_{SA}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80
Q_{SB}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ－α－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83
Q_{SC}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85
Q_{SD}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

内標準溶液　クロラムフェニコール0.04gを水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，250mLとする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン混液(30：10：1)
流量：クロラムフェニコールの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン，ジヒドロ－β－エルゴクリプチンの順に溶出し，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンとジヒドロエルゴクリスチンの分離度は1.5以上である．
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ0.5%以下である．

(2)　ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量　定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムよりジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩(ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩とジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量を以下の式に従い求める．

ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩の相対含量(%)
$= Q_{TA} / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$
ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩の相対含量(%)
$= (Q_{TB} + Q_{TD}) / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$
ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量(%)
$= Q_{TC} / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$

(3)　ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比　定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムより以下の式に従い求める．

ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比
$= M_{TB} / M_{TD}$

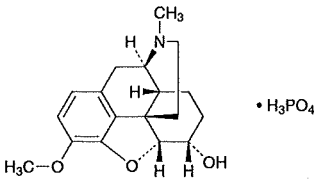
貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩

Dihydrocodeine Phosphate

リン酸ジヒドロコデイン

リン酸ヒドロコデイン



$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-ol monophosphate

[*24204-13-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，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溶けない．

本品の1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～5.0である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，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→20)はリン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下)．

（3）　類縁物質　本品0.20gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(1→2)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．次にエタノール(99.5)／トルエン／アセトン／アンモニア水(28)混液(14：14：7：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，4時間)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)70mL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3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色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行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.94mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散1%

1% Dihydrocodeine Phosphate Powder

リン酸ジヒドロコデイン散1%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38)0.90～1.10%を含む．

製法

ジヒドロコデインリン酸塩	10g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液(1→100)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281～285nmに吸収の極大を示す．

定量法　本品約5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン(別途105℃，4時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散10%

10% Dihydrocodeine Phosphate Powder

リン酸ジヒドロコデイン散10%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38)9.3～10.7%を含む．

製法

ジヒドロコデインリン酸塩	100g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281～285nmに吸収の極大を示す．

定量法　本品約2.5g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10mLを正確に加えた後，水を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン(別途105℃，4時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1→1000)500mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.0に調整する．この液240mLにテトラヒドロフラン70mLを混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

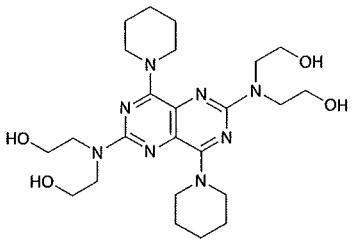
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジピリダモール

Dipyridamole



$C_{24}H_{40}N_8O_4$：504.63

2,2′,2″,2‴-{[4,8-Di(piperidin-1-yl)pyrimido[5,4-*d*]pyrimidine-2,6-diyl]dinitrilo}tetraethanol

[*58-32-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジピリダモール($C_{24}H_{40}N_8O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

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(99.5)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．

確認試験

（1）　本品5mgを硫酸2mLに溶かし，硝酸2滴を加えて振り混ぜるとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール／塩酸混液(99：1)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　165～169℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをクロロホルム10mLに溶かすとき，液は黄色澄明である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5mL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，試料溶液のジピリダモール以外のピークの合計面積は，標準溶液のジピリダモールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4mm，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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム0.2gを水200mLに溶かし，メタノール800mLを加える．

流量：ジピリダモールの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：ジピリダモールの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たジピリダモールのピーク面積が，標準溶液のジピリダモールのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品7mg及びテルフェニル3mgをメタノール50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジピリダモール，テルフェニルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジピリダモールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，105℃，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0.6gを精密に量り，メタノール70mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝50.46mg $C_{24}H_{40}N_8O_4$

貯法

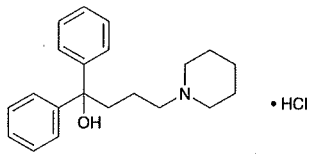
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ジフェニドール塩酸塩

Difenidol Hydrochloride

塩酸ジフェニドール



$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$：345.91

1,1-Diphenyl-4-piperidin-1-ylbutan-1-ol monohydrochloride

[*3254-89-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェニドール塩酸塩($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

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．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水又は酢酸(100)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．

融点：約217℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸1mLに溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．この液に注意して水3滴を加えるとき，液は帯黄褐色となり，更に水10mLを加えるとき，無色となる．

（2）　本品の水溶液(1→100)5mLにライネッケ塩試液2mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→100)10mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，クロロホルム15mLずつで2回抽出する．抽出液を合わせ，水10mLずつで3回洗った後，水浴上でクロロホルムを蒸発し，残留物をデシケーター(減圧，シリカゲル，55℃)で5時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は103～106℃である．

（4）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは4.7～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをメタノール10mL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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gをとり，メタノールに溶かし，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塩酸1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン10mgをとり，メタノールに溶かし，正確に20mL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5μL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／メタノール／酢酸(100)混液(10：2：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

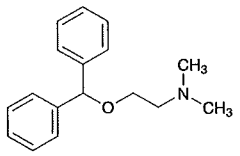
定量法　本品を乾燥し，その約0.35gを精密に量り，酢酸(100)30mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，無水酢酸30mLを加え，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝17.30mg $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine



$C_{17}H_{21}NO$：255.35

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine

[*58-73-1*]

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$)96.0%以上を含む．

性状　本品は淡黄色～黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は初め舌をやくようであり，後にわずかに舌を麻ひする．

本品は無水酢酸，酢酸(100)，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

沸点：約162℃(減圧・0.67kPa)．

屈折率　n_D^{20}：約1.55

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品0.05gに硫酸2mLを加えるとき，直ちにだいだい赤色の沈殿を生じ，放置するとき，赤褐色に変わる．これに注意して水2mLを加えるとき，色の濃さは変わるが，色調は変化しない．

（2）　本品0.1gを希エタノール10mLに溶かし，2,4,6－トリニトロフェノールの飽和希エタノール溶液の過量をかき混ぜながら加え，氷冷する．析出した結晶をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は128～133℃である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.013～1.020

純度試験

（1）　β－ジメチルアミノエタノール　本品1.0gをジエチルエーテル20mLに溶かし，水10mLずつとよく振り混ぜて2回抽出する．水抽出液を合わせ，フェノールフタレイン試液2滴及び0.05mol/L硫酸1.0mLを加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　ベンズヒドロール　本品1.0gを分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル20mLに溶かし，薄めた塩酸(1→15)25mLずつでよく振り混ぜて2回抽出する．ジエチルエーテル層を分取し，水浴上で徐々に蒸発し，残留物をデシケーター(シリカゲル)で2時間減圧乾燥するとき，その量は20mg以下である．

（3）　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)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.54mg $C_{17}H_{21}NO$

貯法

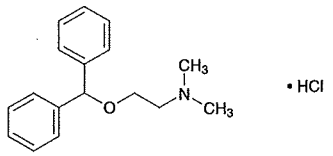
保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．

容器　気密容器．

ジフェンヒドラミン塩酸塩

Diphenhydramine Hydrochloride

塩酸ジフェンヒドラミン



$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$: 291.82

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine monohydrochloride

[*147-24-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦く，舌を麻ひする．

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

融点〈*2.60*〉　166～170℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mL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)．

（3）　類縁物質　本品0.20g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．次にヘキサン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：4：2：1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ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及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，105℃，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0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.18mg $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

1 ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散

2 Diphenhydramine and Bromovalerylurea Powder

3 ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散

4 **製法**

タンニン酸ジフェンヒドラミン	90g
ブロモバレリル尿素	500g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	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**　本品はわずかに灰色を帯びた白色である．

7 **確認試験**

8 （1） 本品0.1gに希塩酸5mL，エタノール(95)1mL及び水
9 10mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナト
10 リウム試液10mL及びクロロホルム10mLを加えて抽出し，
11 クロロホルム層を分取し，ブロモフェノールブルー試液
12 1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈
13 する(タンニン酸ジフェンヒドラミン)．

14 （2） 本品0.02gにジエチルエーテル10mLを加えて振り混
15 ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸留しジエチルエーテルを留
16 去し，残留物を水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし，ジメ
17 チルグリオキシム・チオセミカルバジド試液5mLを加えて
18 水浴中で30分間加熱するとき，液は赤色を呈する(ブロモバ
19 レリル尿素)．

20 （3） 本品0.3gにメタノール5mLを加えて振り混ぜた後，
21 ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にブロムワレリル尿素
22 0.15g及びタンニン酸ジフェンヒドラミン0.03gをそれぞれメ
23 タノール5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．
24 これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により
25 試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLず
26 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
27 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
28 ノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒
29 として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外
30 線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得た3個の
31 スポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそ
32 れぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に噴
33 霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液
34 (2)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液か
35 ら得たスポットは，だいだい色を呈する．

36 **貯法**　容器　密閉容器．

ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント

Diphenhydramine, Phenol and Zinc Oxide Liniment

製法

ジフェンヒドラミン	20g
フェノール・亜鉛華リニメント	980g
全量	1000g

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は白色～類白色ののり状でわずかにフェノールのにおいがある．

確認試験

（1）　本品は3gにヘキサン20mLを加えてよく振り混ぜた後，ヘキサン層を分取し，0.2mol/L塩酸10mLを加えてよく振り混ぜる．水層を分取し，水酸化ナトリウム試液を加えてpH4.6に調整し，ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液1mL及びクロロホルム10mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する(ジフェンヒドラミン)．

（2）　本品1gを磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，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．更に残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛)．

（3）　本品0.5gに，水1mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にジフェンヒドラミン及びフェノール0.01gずつをそれぞれクロロホルム5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f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_f値に等しい．また，ヨウ素を揮散させた薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

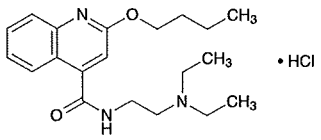
容器　気密容器．

ジブカイン塩酸塩

Dibucaine Hydrochloride

塩酸ジブカイン

塩酸シンコカイン



$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl：379.92

2-Butyloxy-*N*-(2-diethylaminoethyl)-4-quinolinecarboxamide monohydrochloride

[*61-12-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジブカイン塩酸塩($C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl)98.0%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．

本品は水，エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，無水酢酸に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

（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〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

融点〈*2.60*〉　95～100℃　本品を融点測定用毛細管に入れ，酸化リン(V)を乾燥剤とし，80℃で5時間減圧乾燥し，直ちに融封して測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長430nmにおける吸光度は0.03以下である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.30gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.056%以下)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20mL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スポットする．次に酢酸エチル／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．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，5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0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝19.00mg $C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器．

乾燥ジフテリアウマ抗毒素

Freeze-dried Diphtheria Antitoxin, Equine

乾燥ジフテリア抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のジフテリア抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥ジフテリアウマ抗毒素の条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

ジフテリアトキソイド

Diphtheria Toxoid

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のジフテリアトキソイドの条に適合する．

性状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

成人用沈降ジフテリアトキソイド

Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含み，それ以外の抗原性物質の含量の少ない液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の成人用沈降ジフテリアトキソイドの条に適合する．

性状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフテリア破傷風混合トキソイド

Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド

Adsorbed Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

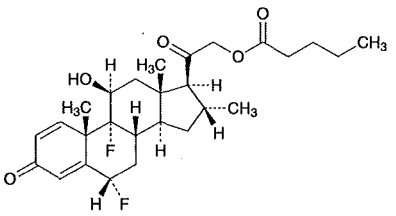
本品は生物学的製剤基準の沈降ジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフルコルトロン吉草酸エステル

Diflucortolone Valerate

吉草酸ジフルコルトロン



$C_{27}H_{36}F_2O_5$：478.57

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-pentanate

[*59198-70-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジフルコルトロン吉草酸エステル($C_{27}H_{36}F_2O_5$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋110～＋115°(乾燥物に換算したもの0.1g，エタノール(99.5)，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　200～204℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．ただし，炭化及び灰化は強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用する．

（2）　類縁物質　定量法で得た試料溶液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，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.97，相対保持時間1.03及び相対保持時間1.05のフルコルトロン吉草酸エステル，12αジフルコルトロン吉草酸エステル及びΔ4ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークはそれぞれ0.6%以下，相対保持時間約1.09のクロコルトロン吉草酸エステルのピークは0.3%以下，その他の個々のピークは0.1%以下である．また，ジフルコルトロン吉草酸エステル以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジフルコルトロン吉草酸エステルの保持時間の約1.4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液0.1mLに水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて10mL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，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の3.5～6.5%であることを確認する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びジフルコルトロン吉草酸エステル標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約5mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に10mL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*〉により試験を行い，それぞれの液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジフルコルトロン吉草酸エステル($C_{27}H_{36}F_2O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したジフルコルトロン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5μmのスルホンアミド基を結合した液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH3.0に調整した溶液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	100 → 90	0 → 10
10 ～ 25	90	10
25 ～ 45	90 → 35	10 → 65
45 ～ 50	35	65

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

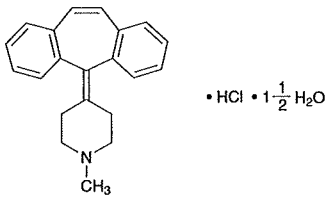
貯法　容器　気密容器．

シプロヘプタジン塩酸塩水和物

Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate

塩酸シプロヘプタジン

シプロヘプタジン塩酸塩



$\cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$

$C_{21}H_{21}N \cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$: 350.88

4-(5*H*-Dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-1-methylpiperidine monohydrochloride sesquihydrate

[*41354-29-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シプロヘプタジン塩酸塩($C_{21}H_{21}N \cdot HCl$: 323.86)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，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．

確認試験

（1）　本品0.1gをメタノール10mLに溶かし，この液1滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，うすい青色の蛍光を発する．

（2）　本品0.1gを分液漏斗に入れ，クロロホルム5mLに溶かし，水4mL及び炭酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜる．クロロホルム層を別の分液漏斗にとり，水4mLを加え，振り混ぜて洗う．クロロホルム層をあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物に希エタノール8mLを加え，65℃に加温して溶かした後，冷却しながらガラス棒で内壁をこすり，結晶が析出し始めてから30分間放置する．結晶をろ取し，80℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は111～115℃である．

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

（4）　本品の飽和水溶液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品2.0gをメタノール25mLに溶かし，メチルレッド試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.30mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0～9.0%(1g，減圧・0.67kPa以下，100℃，5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，酢酸(100)20mLを加え，50℃に加温して溶かす．冷後，無水酢酸40mL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．

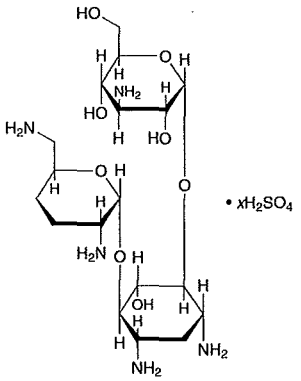
0.1mol/L過塩素酸1mL＝32.39mg $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

ジベカシン硫酸塩

Dibekacin Sulfate

硫酸ジベカシン



$C_{18}H_{37}N_5O_8 \cdot xH_2SO_4$

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*58580-55-5*]

本品は，ベカナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり640～740μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジベカシン($C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びジベカシン硫酸塩標準品20mgずつを水1mL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，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．次にアンモニア水(28)／メタノール混液(1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均等に噴霧し，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2）　本品の水溶液(1→50)5mLに塩化バリウム試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+96～+106°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

pH〈2.54〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（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)．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（iii）　標準溶液　ジベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)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．

（iv）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ジベカシン硫酸塩点眼液

Dibekacin Sulfate Ophthalmic Solution

硫酸ジベカシン点眼液

本品は水性の点眼剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するジベカシン($C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52)を含む．

製法　本品は「ジベカシン硫酸塩」をとり，点眼剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い1mL中に「ジベカシン硫酸塩」2.5mg(力価)を含む液となるように水を加え，試料溶液とする．別にジベカシン硫酸塩標準品5mg(力価)に対応する量を水2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．以下「ジベカシン硫酸塩」の確認試験(1)を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　6.5～7.5

不溶性異物〈*6.11*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.08*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ)　試験菌，培地及び標準溶液は「ジベカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

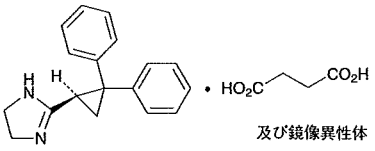
(ii)　試料溶液　「ジベカシン硫酸塩」約12mg(力価)に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に30mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20μg(力価)及び5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

シベンゾリンコハク酸塩

Cibenzoline Succinate

コハク酸シベンゾリン



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$：380.44

2-[(1*RS*)-2,2-Diphenylcyclopropan-1-yl]-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monosuccinate

[*100678-32-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品0.4gに水酸化ナトリウム試液2.5mL及び酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜ，放置した後，水層1mLをとり，1mol/L塩酸試液0.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.5mLを加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

融点〈*2.60*〉　163～167℃

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水10mL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)．

（3）　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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→25)を用いる(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10g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5mL及び2mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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，酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(20：3：2)を展開溶媒として約10cm展開する．薄層板を風乾した後，80℃で30分間乾燥する．冷後，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(1)か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気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，2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0.4g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)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青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行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.04mg $C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$

貯法　容器　気密容器．

シベンゾリンコハク酸塩錠

Cibenzoline Succinate Tablets

コハク酸シベンゾリン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$：380.44)を含む．

製法　本品は「シベンゾリンコハク酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「シベンゾリンコハク酸塩」50mgに対応する量をとり，水100mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，水を加えて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するとき，波長221～225nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)約10mgを含む液となるように水を加え，時々振り混ぜながら10分間放置する．この液に，1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)約2mgを含む液となるようにメタノールを加えた後，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)10mgにつき内標準溶液1mLを正確に加え，更に1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)約1mgを含む液となるようにメタノールを加える．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 100$

M_S：定量用コハク酸シベンゾリンの秤取量(mg)
C：1錠中のシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)の表示量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸2－エチルヘキシル0.1gをメタノールに溶かし，100mLとする．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)約11μgを含む液となるように水を加えて正確に$V'$ mLとし，試料溶液とする．別に定量用コハク酸シベンゾリンを105℃で2時間乾燥し，その約28mg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，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長222nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用コハク酸シベンゾリンの秤取量(mg)
C：1錠中のシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，水10mLを加えて振り混ぜ，メタノール40mL及び内標準溶液10mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用コハク酸シベンゾリンを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水10mL及びメタノール40mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，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シベンゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用コハク酸シベンゾリンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.1gをメタノールに溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：スルホコハク酸ジ－2－エチルヘキシルナトリウム2.67gを水／アセトニトリル／薄めたリン酸(1→10)混液(1000：1000：1)2000mLに溶かす．

流量：シベンゾリンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

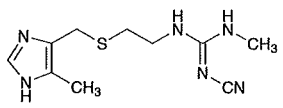
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，シベンゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液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シベンゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シメチジン

Cimetidine



$C_{10}H_{16}N_6S$：252.34

2-Cyano-1-methyl-3-{2-[(5-methyl-1*H*-imidazol-4-yl)methylsulfanyl]ethyl}guanidine

[*51481-61-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シメチジン($C_{10}H_{16}N_6S$)99.0%以上を含む．

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．

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．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100)0.1mLにクエン酸・無水酢酸試液5mLを加え，水浴中で15分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（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．

pH〈*2.54*〉　本品0.5gに新たに煮沸し冷却した水50mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過した液のpHは9.0～10.5である．

融点〈*2.60*〉　140～144℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，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．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4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(21：2：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．これをヨウ素蒸気中に45分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，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℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.24gを精密に量り，酢酸(100)75mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝25.23mg $C_{10}H_{16}N_6S$

貯法

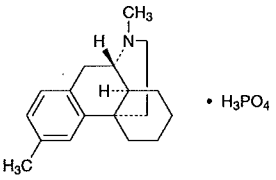
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ジメモルファンリン酸塩

Dimemorfan Phosphate

リン酸ジメモルファン



$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$: 353.39

(9*S*,13*S*,14*S*)-3,17-Dimethylmorphinan monophosphate

[*36304-84-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→5000)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→100)2mLに硝酸銀試液2～3滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋25～＋27°(乾燥後，1g，メタノール，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

純度試験

（1）　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)．

（2）　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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを用いる(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10g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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(150：150：1)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℃，3時間)．

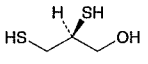
定量法　本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，酢酸(100)100mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.34mg $C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$

貯法　容器　気密容器．

ジメルカプロール

Dimercaprol



及び鏡像異性体

$C_3H_8OS_2$：124.23

(2*RS*)-2,3-Disulfanylpropan-1-ol

[*59-52-9*]

本品は定量するとき，ジメルカプロール($C_3H_8OS_2$)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は無色～微黄色の液で，メルカプタンようの不快なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)と混和する．

本品はラッカセイ油にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品1滴を塩化コバルト(II)六水和物溶液(1→200)1滴及び水5mLの混液に加えるとき，液は黄褐色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.570～1.575

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.238～1.248

純度試験

（1）　溶状　本品1.0mLをラッカセイ油20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　臭化物　本品2.0gに希水酸化カリウム・エタノール試液25mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で2時間加熱した後，加温空気を送りながらエタノールを蒸発し，水20mLを加えて冷却する．これに過酸化水素(30)10mLと水40mLの混液を加え，還流冷却器を付けて10分間穏やかに煮沸し，冷後，速やかにろ過する．残留物を水10mLで2回洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸10mL及び0.1mol/L硝酸銀液5mLを正確に加え，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．0.1mol/L硝酸銀液の消費量は1.0mL以下である．

（3）　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)．

定量法　本品約0.15gを共栓フラスコに精密に量り，メタノール10mLに溶かし，直ちに0.05mol/Lヨウ素液で，液が微黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝6.212mg $C_3H_8OS_2$

貯法

保存条件　5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジメルカプロール注射液

Dimercaprol Injection

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジメルカプロール($C_3H_8OS_2$：124.23)を含む．

製法　本品は「ジメルカプロール」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「安息香酸ベンジル」又は「ベンジルアルコール」を加えることができる．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，不快なにおいがある．

確認試験　本品の表示量に従い「ジメルカプロール」30mgに対応する容量をとり，「ジメルカプロール」の確認試験(1)を準用する．

採取容量 *〈6.05〉*　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 *〈6.06〉*　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 *〈6.07〉*　第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌 *〈4.06〉*　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジメルカプロール($C_3H_8OS_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，フラスコに入れ，ピペットはメタノール／ジエチルエーテル混液(3：1)で数回洗い込み，更にメタノール／ジエチルエーテル混液(3：1)を加えて50mLとし，0.05mol/Lヨウ素液で持続する黄色を呈するまで滴定 *〈2.50〉* する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝6.212mg $C_3H_8OS_2$

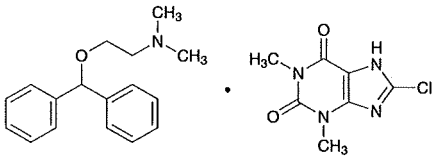
貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　密封容器．

ジメンヒドリナート

Dimenhydrinate



$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine-8-chloro-1,3-dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione(1/1)

[*523-87-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$：255.35)53.0～55.5%及び8－クロロテオフィリン($C_7H_7ClN_4O_2$：214.61)44.0～47.0%を含む．

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．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1）　本品0.5gを希エタノール30mLに溶かし，水30mLを加え，試料溶液とする．試料溶液30mLを分液漏斗に入れ，アンモニア水(28)2mLを加え，ジエチルエーテル10mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水5mLで洗った後ジエチルエーテル液を薄めた塩酸(1→100)15mLで抽出する．水層を分取して検液とし，次の試験を行う．

（i）　検液5mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（ii）　検液10mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを滴加し，30分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は128～133℃である．

（2）　(1)の試料溶液30mLに希硫酸2mLを加え，30分間冷却した後，器壁をしばしばこするとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷水少量で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は300～305℃(分解)である．

（3）　(2)で得た沈殿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．また，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．

（4）　(2)で得た沈殿0.05gをニッケルるつぼにとり，過酸化ナトリウム0.5gを加えてよく混ぜ，加熱して融解する．冷後，融解物を水20mLに溶かし，希硝酸を加えて酸性とするとき，液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　102～107℃

純度試験

（1）　塩化物　定量法(2)で得たろ液50mLをネスラー管にとり，硝酸1mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない(0.044%以下)．

比較液：0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとし，硝酸銀試液1mLを加えて5分間放置する．

（2）　臭化物又はヨウ化物　本品0.10gを共栓試験管にとり，亜硝酸ナトリウム0.05g，クロロホルム10mL及び希塩酸10mLを加え，密栓してよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(3g，減圧，酸化リン(V)，24時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g)．

定量法

（1）　ジフェンヒドラミン　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，250mLの分液漏斗に入れ，水50mL，アンモニア試液3mL及び塩化ナトリウム10gを加え，ジエチルエーテル15mLずつで6回振り混ぜて抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水50mLずつで3回洗い，ジエチルエーテル液に0.05mol/L硫酸25mLを正確に加え，更に水25mLを加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテルを徐々に蒸発し，冷後，過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L硫酸1mL＝25.54mg $C_{17}H_{21}NO$

（2）　8－クロロテオフィリン　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，200mLのメスフラスコに入れ，水50mL，アンモニア試液3mL及び硝酸アンモニウム溶液(1→10)6mLを加え，水浴上で5分間加熱する．次に0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で15分間加熱する．冷後，水を加えて正確に200mLとし，沈殿が沈着するまで一夜放置し，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液100mLを正確に量り，硝酸を滴加して酸性とし，更に硝酸3mLを追加し，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．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝21.46mg $C_7H_7ClN_4O_2$

貯法　容器　密閉容器．

ジメンヒドリナート錠

Dimenhydrinate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96)を含む．

製法　本品は「ジメンヒドリナート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジメンヒドリナート」0.5gに対応する量をとり，温エタノール(95)25mLを加え，すり混ぜてろ過する．ろ液に水40mLを加えて再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液30mLを分液漏斗に入れ，以下「ジメンヒドリナート」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)の試料溶液30mLにつき，「ジメンヒドリナート」の確認試験(2)，(3)及び(4)を準用する．

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約28μgを含む液となるように水を加えて正確に$V'$ mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジメンヒドリナートを酸化リン(V)を乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mL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につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長276nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：定量用ジメンヒドリナートの秤取量(mg)

C：1錠中のジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約0.5gに対応する量を精密に量り，フラスコに入れ，エタノール(95)40mLを加え，水浴上で振り動かしながら沸騰するまで加熱する．30秒間加熱を続けた後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，温エタノール(95)でよく洗い，ろ液及び洗液をフラスコに入れ，水浴上で加熱し，エタノールを蒸発して5mLとする．次に水50mL，アンモニア試液3mL及び硝酸アンモニウム溶液(1→10)6mLを加え，水浴上で5分間加熱し，0.1mol/L硝酸銀液25mLを正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で15分間加熱する．これを200mLのメスフラスコに水で洗い込み，冷後，水を加えて200mLとし，以下「ジメンヒドリナート」の定量法(2)を準用する．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝47.00mg $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$

貯法　容器　密閉容器．

次没食子酸ビスマス

Bismuth Subgallate

デルマトール

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス(Bi：208.98)47.0～51.0%を含む．

性状　本品は黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，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．

本品は希塩酸，希硝酸又は希硫酸に温時溶け，また本品は水酸化ナトリウム試液に溶けて黄色澄明の液となり，その色は速やかに赤色に変わる．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品0.5gを強熱するとき，炭化して最後に黄色の物質を残す．この残留物はビスマス塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品0.5gに水25mL及び硫化水素試液20mLを加え，よく振り混ぜ，生じた黒褐色の沈殿をろ過して除き，ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青黒色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→8)40mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　硫酸塩　本品3.0gをるつぼにとり，強熱して得た残留物を注意しながら硝酸2.5mLに加温して溶かし，これを水100mL中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液50mLを水浴上で蒸発して15mLとし，水を加えて20mLとし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5mLに硝酸バリウム試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

（3）　硝酸塩　本品0.5gに希硫酸5mL及び硫酸鉄(Ⅱ)試液25mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液5mLを硫酸上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈しない．

（4）　アンモニウム　本品1.0gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　銅　(2)の試料溶液5mLにアンモニア試液1mLを加え，ろ過した液は青色を呈しない．

（6）　鉛　本品1.0gをるつぼにとり，約500℃で強熱し，残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし，小火炎を用いて蒸発乾固し，冷後，残留物に水酸化カリウム溶液(1→6)5mLを加え，注意しながら2分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液10滴を加え，酢酸(100)を1滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない．

（7）　銀　(2)の試料溶液5mLに硝酸0.5mL及び希塩酸2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

（8）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品1.0gに薄めた酢酸(31)(1→2)40mLを加えて2分間煮沸し，冷後，水を加えて40mLとし，ろ過する．ろ液20mLに希塩酸2mLを加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じ，生じた沈殿をろ過し，水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は5.0mg以下である．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20gを水酸化カルシウム0.20gとよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(10ppm以下)．

(10)　没食子酸　本品1.0gにエタノール(95)20mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は5.0mg以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，約500℃で30分間加熱し，冷後，残留物に薄めた硝酸(2→5)5mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液30mLを正確に量り，水200mLを加え，0.02mol/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(指示薬：キシレノールオレンジ試液2～3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL
＝4.180mg Bi

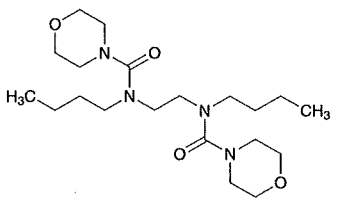
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ジモルホラミン

Dimorpholamine



$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54

N,*N*′-Ethylenebis(*N*-butylmorpholine-4-carboxamide)

[*119-48-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末，塊又は粘性の液である．

本品はエタノール(99.5)又は無水酢酸に極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～7.0である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かした液は，無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　(1)の液20mLに希硝酸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0.40mLを加える(0.036%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)の液10mLに希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.096%以下)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(99.5)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)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(99.5)／水混液(4：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に10分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，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，減圧，酸化リン(V)，8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0.6gを精密に量り，無水酢酸50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.85mg $C_{20}H_{38}N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジモルホラミン注射液

Dimorpholamine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54)を含む．

製法　本品は「ジモルホラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：3.0～5.5

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ジモルホラミン」0.1gに対応する容量をとり，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「ジモルホラミン」50mgに対応する容量をとり，希塩酸1mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を塩酸2mLに溶かし，還流冷却器を付け，10分間煮沸し，更に水浴上で蒸発乾固する．残留物を水1mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，アセトアルデヒド溶液(1→20)0.2mL，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液0.1mL及び炭酸ナトリウム試液0.5mLを加えるとき，液は青色を呈する．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　5.0EU/mg未満．ただし，エンドトキシン試験用水を用いて0.15w/v%に希釈して試験を行う．

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)約30mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えて5分間振り混ぜ，試料溶液とする．別に定量用ジモルホラミンをデシケーター(減圧，酸化リン(Ⅴ))で8時間乾燥し，その約0.15gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えて5分間振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：定量用ジモルホラミンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：216nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：ジモルホラミンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジモルホラミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

臭化カリウム

Potassium Bromide

KBr : 119.00

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化カリウム(KBr)99.0%以上を含む．

性状 本品は無色又は白色の結晶，粒又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はグリセリンに溶けやすく，熱エタノール(95)にやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験 本品の水溶液(1→10)はカリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水3mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） アルカリ 本品1.0gを水10mLに溶かし，0.05mol/L硫酸0.10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3） 塩化物 定量法において，本品1gに対応する0.1mol/L硝酸銀液の量は84.5mL以下である．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（5） ヨウ化物 本品0.5gを水10mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴及びクロロホルム1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6） 臭素酸塩 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，ヨウ化カリウム試液0.1mL，デンプン試液1mL及び希硫酸3滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0g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(10ppm以下)．

（8） バリウム 本品0.5gを水10mLに溶かし，希塩酸0.5mL及び硫酸カリウム試液1mLを加え，10分間放置するとき，混濁しない．

（9） 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)．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(1g，110℃，4時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，希硝酸10mLを加え，更に0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加えた後，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．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝11.90mg KBr

貯法 容器 気密容器．

臭化ナトリウム

Sodium Bromide

NaBr : 102.89

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化ナトリウム(NaBr)99.0%以上を含む．

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

本品は吸湿性であるが，潮解しない．

確認試験 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水3mLに溶かすとき，液は，無色澄明である．

（2） アルカリ 本品1.0gを水10mLに溶かし，0.005mol/L硫酸0.10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3） 塩化物 定量法において，本品1gに対応する0.1mol/L硝酸銀液の量は97.9mL以下である．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（5） ヨウ化物 本品0.5gを水10mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴及びクロロホルム1mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6） 臭素酸塩 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かし，ヨウ化カリウム試液2滴，デンプン試液1mL及び希硫酸3滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0g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(10ppm以下)．

（8） バリウム 本品0.5gを水10mLに溶かし，希塩酸0.5mL及び硫酸カリウム試液1mLを加え，10分間放置するとき，液は混濁しない．

（9） 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)．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0%以下(1g，110℃，4時間)．

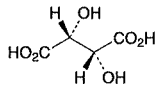
定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水50mLに溶かし，希硝酸10mLを加え，更に0.1mol/L硝酸銀液50mLを正確に加えた後，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝10.29mg NaBr

貯法 容器 気密容器．

酒石酸

Tartaric Acid



$C_4H_6O_6$：150.09

(2*R*,3*R*)-2,3-Dihydroxybutanedioic acid

[*87-69-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，酒石酸($C_4H_6O_6$)99.7%以上を含む．

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品の水溶液(1→10)は右旋性である．

確認試験

（1） 本品は徐々に加熱するとき，分解し，砂糖を焼くようなにおいを発する．

（2） 本品の水溶液(1→10)は青色リトマス紙を赤変し，酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（2） シュウ酸塩 本品1.0gを水10mLに溶かし，塩化カルシウム試液2mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3） 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)．

（4） カルシウム 本品1.0gを水10mLに溶かし，アンモニア試液を加えて中性とし，シュウ酸アンモニウム試液1mLを加えるとき，液は混濁しない．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(3g，シリカゲル，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05%以下(1g)．

定量法 本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，水40mLに溶かし，1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝75.05mg $C_4H_6O_6$

貯法 容器 密閉容器．

硝酸銀

Silver Nitrate

$AgNO_3$: 169.87

本品を乾燥したものは定量するとき，硝酸銀($AgNO_3$)99.8%以上を含む．

性状 本品は光沢のある無色又は白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(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い．

本品は光によって徐々に灰色～灰黒色になる．

確認試験 本品の水溶液(1→50)は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状及び液性 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2） ビスマス，銅及び鉛 本品の水溶液(1→10)5mLにアンモニア試液3mLを加えるとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.20%以下(2g，シリカゲル，遮光，4時間)．

定量法 本品を粉末とした後，乾燥し，その約0.7gを精密に量り，水50mLに溶かし，硝酸2mLを加え，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)．

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL

＝16.99mg $AgNO_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

1 硝酸銀点眼液

2 Silver Nitrate Ophthalmic Solution

3　本品は水性の点眼液である．

4　本品は定量するとき，硝酸銀($AgNO_3$：169.87)0.95～

5 1.05w/v%を含む．

6 **製法**

硝酸銀	10g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7　以上をとり，点眼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**　本品は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

10 **定量法**　本品20mLを正確に量り，水30mL及び硝酸2mLを加

11 え，0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉す

12 る(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2mL)．

13 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL

14 ＝16.99mg $AgNO_3$

15 **貯法**

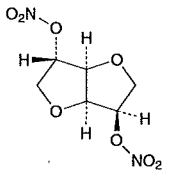
16 保存条件　遮光して保存する．

17 容器　気密容器．

硝酸イソソルビド

Isosorbide Dinitrate

イソソルビド硝酸エステル



$C_6H_8N_2O_8$：236.14

1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol dinitrate

[*87-33-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)95.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに硝酸ようのにおいがある．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はアセトンに極めて溶けやすく，クロロホルム又はトルエンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は急速に熱するか又は衝撃を与えると爆発する．

確認試験

（1）　本品0.01gに水1mLを加え，注意して硫酸2mLを加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄(Ⅱ)試液3mLを層積して5～10分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

（2）　本品0.1gに薄めた硫酸(1→2)6mLを加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液(1→30)1mLを加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液10mLを加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

旋光度 〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋134～＋139°(脱水物に換算したもの1g，エタノール(95)，100mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをアセトン10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩 〈*1.14*〉　本品1.5gを*N,N*－ジメチルホルムアミド15mLに溶かし，水60mLを加え，冷後，ろ過する．ろ紙は水20mLずつで3回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて150mLとする．この液40mLに希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)．

（3）　硝酸塩　本品0.05gをトルエン30mLに溶かし，水20mLずつで3回抽出する．水層を合わせ，トルエン20mLずつで2回洗った後，水層をとり，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．硝酸標準液5.0mL及び試料溶液25mLをそれぞれ別のネスラー管にとり，水を加えてそれぞれ50mLとし，グリース・ロメン硝酸試薬0.06gを加えてよく振り混ぜ，30分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（4）　重金属 〈*1.07*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

水分 〈*2.48*〉　1.5%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1gを精密に量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 のケルダールフラスコに入れ，メタノール10mLに溶かし，デバルダ合金3g及び水50mLを加え，窒素定量法 〈*1.08*〉 の蒸留装置に連結する．受器には0.05mol/L硫酸25mLを正確に量り，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液5滴を加え，冷却器の下端を浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液(1→2)15mLを加え，注意して水20mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，徐々に水蒸気を通じて留液約100mLを得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，0.1mol/L水酸化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色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L硫酸1mL＝11.81mg $C_6H_8N_2O_8$

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

硝酸イソソルビド錠

Isosorbide Dinitrate Tablets

イソソルビド硝酸エステル錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応する硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$：236.14)を含む．

製法　本品は「硝酸イソソルビド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.1gに対応する量をとり，ジエチルエーテル50mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLをとり，ジエチルエーテルを注意して蒸発し，残留物に水1mLを加え，注意して硫酸2mLを加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄(Ⅱ)試液3mLを層積して5～10分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

純度試験　硝酸塩　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.05gに対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，トルエン30mLを加えてよく振り混ぜた後，水20mLずつで3回抽出し，以下「硝酸イソソルビド」の純度試験(3)を準用する．

製剤均一性 〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水1mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．1mL中に硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)約0.1mgを含む液となるように水／メタノール混液(1：1)を加えて正確にV mLとし，10分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V \times 1/500$

M_S：脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

崩壊性 〈6.09〉　試験を行うとき，適合する．ただし，舌下投与を行う製剤にあっては，試験時間は2分間とし，補助盤は用いない．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)約5mgに対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mLとし，10分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用硝酸イソソルビド(別途「硝酸イソソルビド」と同様の方法で水分 〈2.48〉 を測定しておく)約50mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50mL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〉 により試験を行い，それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：9)

流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約6分となるように調整する．

システム適合性

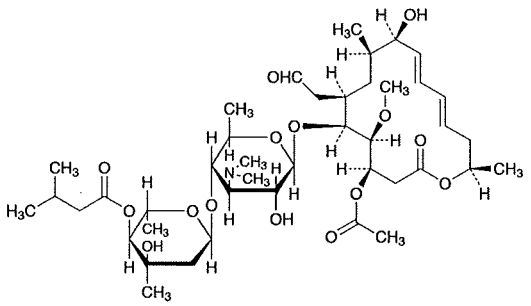
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，硝酸イソソルビドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジョサマイシン

Josamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*16846-24-5*]

本品は，*Streptomyces narbonensis var. josamyceticus*の培養によって得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．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900～1100μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイ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） 本品及びジョサマイシン標準品5mgずつをメタノール1mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて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*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液のジョサマイシンの保持時間は等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験(2)の試験条件を準用する．

純度試験

（1） 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3.0mLを加える(30ppm以下)．

（2） 類縁物質 本品50mgをメタノール5mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて50mLとし，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*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシン以外のピークの量を求めるとき，それぞれ6%以下であり，ジョサマイシン以外のピークの合計面積は20%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：231nm)

カラム：内径4.6mm，長さ5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム一水和物119gを水に溶かし，1000mLとし，1mol/L塩酸試液を加えてpH2.5に調整する．この液600mLにアセトニトリル400mLを加える．

流量：ジョサマイシンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液3mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)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2mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジョサマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジョサマイシンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品0.05gをpH2.0の0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLに溶かした後，40℃で3時間放置する．この液に2mol/Lの水酸化ナトリウム試液を加えて，pHを6.8～7.2とした後，メタノール50mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシンのピークに対する相対保持時間約0.9に溶出するジョサマイシンS_1との分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジョサマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii) 培地 培地(1)の3)のiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9～8.1とする．

(iii) 標準溶液 ジョサマイシン標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃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，水を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)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．

(iv) 試料溶液 本品約30mg(力価)に対応する量を精密に量

り，メタノール5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液適量を正確に量り，水を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジョサマイシン錠

Josamycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)を含む．

製法　本品は「ジョサマイシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ジョサマイシン」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール100mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLにメタノールを加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229～233nmに吸収の極大を示す．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(0.5g，減圧，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノールを加え，超音波処理により分散させた後，1mL中に「ジョサマイシン」約2mg(力価)を含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液3mL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10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にジョサマイシン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水5mL及びメタノールに溶かし，正確に25mLとする．この液3mL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10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長231nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．ただし，判定式に用いる$\overline{X}$は，定量法の試験結果とする．

ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$$

M_S：ジョサマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

崩壊性〈6.09〉　補助盤を使用して試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌，培地及び標準溶液は，「ジョサマイシン」の定量法を準用する．

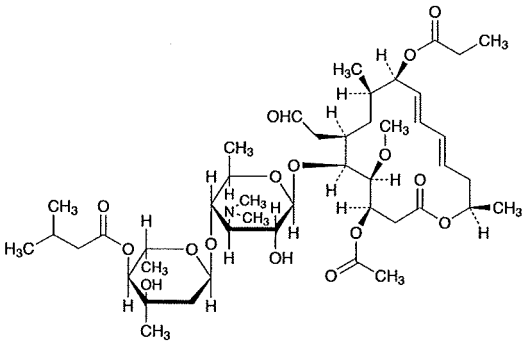
(ii)　試料溶液　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「ジョサマイシン」約0.3g(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50mLを加えて激しく振り混ぜ，水を加えて正確に1000mLとする．この液適量を正確に量り，水を加えて1mL中に30μg(力価)及び7.5μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ジョサマイシンプロピオン酸エステル

Josamycin Propionate

プロピオン酸ジョサマイシン



$C_{45}H_{73}NO_{16}$：884.06

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-9-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*16846-24-5*, ジョサマイシン]

本品は，ジョサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり843～1000μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品5mgずつを，それぞれ薄めたアセトニトリル(1→2)50mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間は標準溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験(2)の試験条件を準用する．

純度試験

（1） 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3.0mLを加える(30ppm以下)．

（2） 類縁物質 本品50mgを移動相に溶かして50mLとし，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*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ6%以下であり，ジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの合計面積は22%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：トリエチルアミン10mLに水を加えて1000mLとし，酢酸(100)を加えてpH4.3に調整する．この液500mLにアセトニトリル500mLを加える．

流量：ジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間が約24分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液3mL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2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及びジョサマイシン2mgを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシン，ジョサマイシンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は25以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii) 培地 培地(1)の3)のiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9～8.1とする．

(iii) 標準溶液 ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)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．

(iv)　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10mLに溶かし，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

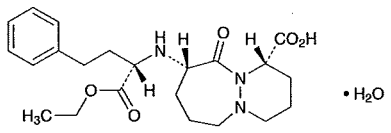
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シラザプリル水和物

Cilazapril Hydrate

シラザプリル



$C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$：435.51

(1*S*,9*S*)-9-[(1*S*)-(1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropyl)amino]-10-oxooctahydro-6*H*-pyridazino[1,2-*a*][1,2]diazepine-1-carboxylic acid monohydrate

[*92077-78-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$：417.50)98.5～101.0%を含む．

性状　白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約101℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000)4mLに，ドラーゲンドルフ試液2mLを加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－53～－58°(脱水物に換算したもの0.2g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをとり，水40mL及び希塩酸1.5mL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0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下)．

（3）　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，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→8)10mLを用いる．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gをメタノール20mL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とし，標準溶液(1)とする．この液3mL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(2)とする．別に，標準溶液(1)2mL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(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／酢酸(100)／ヘキサン／水混液(62：15：10：10：3)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に2時間放置した後，紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値0.40付近の主スポット以外のスポットのうち，R_f値0.17付近のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，R_f値0.44付近のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，それら以外のスポットは3個以下で，これらのうち標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは1個以下で，かつ標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　3.5～5.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品約0.2gを精密に量り，酢酸(100)50mLに溶かし，0.02mol/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．

0.02mol/L過塩素酸1mL＝8.350mg $C_{22}H_{31}N_3O_5$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シラザプリル錠

Cilazapril Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$：417.50)を含む．

製法　本品は「シラザプリル水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)2mgに対応する量をとり，アセトニトリル／酢酸エチル混液(3：1)2mLを加えて振り混ぜ，30秒間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシラザプリル5mgをアセトニトリル／酢酸エチル混液(3：1)5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／酢酸(100)／ヘキサン／水混液(62：15：10：10：3)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に2時間放置した後，直ちに紫外線(主波長254nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは暗褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル混液(7：3)5mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，1mL中にシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約25μgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，内標準溶液1mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約26mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μL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シラザプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 1000$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→12500)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液100μL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シラザプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約0.28μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリル5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約29mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリル5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のシラザプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 10$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

C：1錠中のシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン180mL，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル120mL及びトリエチルアミン3mLに水を加えて1000mLとした液に，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

流量：シラザプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シラザプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約1mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)30mLを加えて5分間超音波処理を行う．次に内標準溶液5mLを正確に加え，更に水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，遠心分離する．上澄液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルタ

一でろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約26mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μL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シラザプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)
$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：23℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン180mL，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル120mL及びトリエチルアミン3mLに水を加えて1000mLとした液に，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

流量：シラザプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

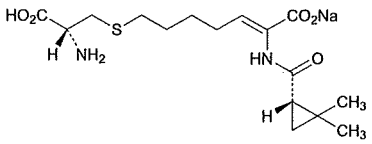
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液50μL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シラザプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シラスタチンナトリウム

Cilastatin Sodium



$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43

Monosodium(2*Z*)-7-{[(2*R*)-2-amino-2-carboxyethyl]sulfanyl}-2-({[(1*S*)-2,2-dimethylcyclopropyl]carbonyl}amino)hept-2-enoate

[*81129-83-1*]

本品は定量するとき，換算した脱残留溶媒及び脱水物に対し，シラスタチンナトリウム($C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微帯黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は，吸湿性である．

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋41.5～＋44.5°(脱残留溶媒及び脱水物換算したもの0.1g，塩酸のメタノール溶液(9→1000)，10mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水100mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.6mLの混液に水を加えて10mLとした液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．

（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．ただし，炭化後加える硫酸の量は0.5mLとし，硝酸は加えない．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2.0gをとり，硝酸5mL及び硫酸1mLを加え，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色になるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとする．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2mLを正確に加え，以下検液と同様に操作する(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品約40mgを水25mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mL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，試料溶液のシラスタチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の1／6より大きくない．また，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径4.5mm，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．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(7：3)

移動相B：薄めたリン酸(1→1000)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0～30	15→100	85→0
30～40	100	0

流量：毎分2.0mL

面積測定範囲：40分

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に30mLとする．この液20μLから得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の2.3～4.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約20分である．また，シラスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.5以下である．

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3回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.2gを精密に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水に溶かして10mLとし，試料溶液とする．別にアセトン2mL，メタノール0.5mL及び酸化メシチル0.5mLをそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，水を加えて10mLとし，標準溶液とする．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グラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Sa}，Q_{Tb}及びQ_{Sb}，Q_{Tc}及びQ_{Sc}を求める．次式によりアセトン，メタノール及び酸化メシチルの量を求めるとき，それぞれ1.0%以下，

0.5%以下及び0.4%以下である．

アセトン(CH_3COCH_3)の量(%)
　＝ $1/M_T \times Q_{Ta}/Q_{Sa} \times 400 \times 0.79$
メタノール(CH_3OH)の量(%)
　＝ $1/M_T \times Q_{Tb}/Q_{Sb} \times 100 \times 0.79$
酸化メシチル($CH_3COCH=C(CH_3)_2$)の量(%)
　＝ $1/M_T \times Q_{Tc}/Q_{Sc} \times 100 \times 0.86$

M_T：本品の秤取量(mg)
0.79：アセトン及びメタノールの密度(g/mL)
0.86：酸化メシチルの密度(g/mL)

内標準溶液　1－プロパノール0.5mLに水を加えて1000mLとする．
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3.2mm，長さ2.1mのガラス管に，250～420μmのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーにガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを10%の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：70℃付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：内標準物質の保持時間が約5分になるように調整する．
面積測定範囲：内標準物質の保持時間の約3倍の範囲
システム適合性
システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，1－プロパノール，酸化メシチルの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積比の相対標準偏差は，各々4.0%以下である．

水分 〈*2.48*〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，メタノール30mLに溶かし，水5mLを加える．この液に0.1mol/L塩酸試液を加え，pH3.0に調整し，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)．ただし，滴定の終点は第3変曲点とし，第一変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
　＝19.02mg $C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$

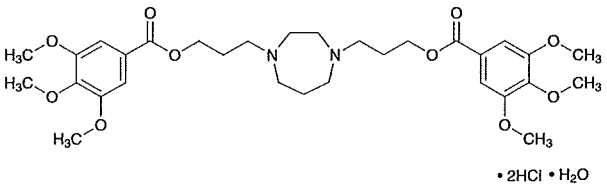
貯法
保存条件　冷所に保存する．
容器　気密容器．

ジラゼプ塩酸塩水和物

Dilazep Hydrochloride Hydrate

塩酸ジラゼプ

ジラゼプ塩酸塩



・2HCl・H_2O

$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl・H_2O：695.63

3,3′-(1,4-Diazepane-1,4-diyl)dipropyl bis(3,4,5-trimethoxybenzoate)dihydrochloride monohydrate

[*20153-98-4*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジラゼプ塩酸塩($C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl：677.61)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)又は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い．

融点：200～204℃　110℃の浴液中に挿入し，140～150℃の間は1分間に約3℃，160～195℃の間は1分間に約10℃，その後は1分間に約1℃上昇するように加熱する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLに塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)0.1mL及び8mol/L水酸化カリウム試液0.1mLを加え，70℃の水浴中で10分間加温する．冷後，希塩酸0.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(3→500)5mLにライネッケ塩試液0.3mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には，0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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(10ppm以下)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.40gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に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．次にメタノール／酢酸エチル／ジクロロメタン／塩酸混液(500：200：100：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これらに噴霧用ドラーゲンドルフ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*〉　2.0～3.0%(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)40mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で適定〈*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．

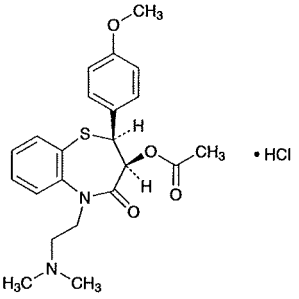
0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.88mg $C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl

貯法　容器　気密容器．

ジルチアゼム塩酸塩

Diltiazem Hydrochloride

塩酸ジルチアゼム



$C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$：450.98

(2*S*,3*S*)-5-[2-(Dimethylamino)ethyl]-2-(4-methoxyphenyl)-4-oxo-2,3,4,5-tetrahydro-1,5-benzothiazepin-3-yl acetate monohydrochloride

[*33286-22-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

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．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，無水酢酸又はエタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.05gを1mol/L塩酸試液1mLに溶かし，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液2mL及びクロロホルム5mLを加えてよく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2）　本品0.03gをとり，水20mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により操作して得た検液は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品0.01gを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液2mLをとり，0.01mol/L塩酸試液を加えて20mL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．

（4）　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測定するとき，波数1741cm^{-1}，1678cm^{-1}，1252cm^{-1}及び1025cm^{-1}付近に吸収を認める．

（5）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋115～＋120°(乾燥後，0.2g，水，20mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　210～215℃(分解)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.3～5.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　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0.50mLを加える(0.024%以下)．

（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)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを分解フラスコに入れ，硝酸5mL及び硫酸2mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30)2mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5mLとし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない(2ppm以下)．

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2.0mL及び水を加えて5mLとし，以下検液と同様に操作する．

（5）　類縁物質　本品50mgを薄めたエタノール(4→5)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)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，試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の3／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物8g及び*d*－カンファスルホン酸1.5gを水500mLに溶かし，孔径0.4μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．このろ液にアセトニトリル250mL及びメタノール250mLを加えた後，酢酸ナトリウム三水和物を加えてpHを6.6に調整する．

流量：ジルチアゼムの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たジルチアゼムのピーク面積が，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品0.03g，*d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩(以下，脱アセチル体という)0.02g及び安息香酸フェニル0.02gをエタノール(99.5)160mLに溶かし，更に水を加えて200mLとす

る．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼムの分離度及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度はそれぞれ2.5以上である．

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，ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量 〈2.41〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.7gを精密に量り，ギ酸2.0mLに溶かし，無水酢酸60mL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＝45.10mg $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$

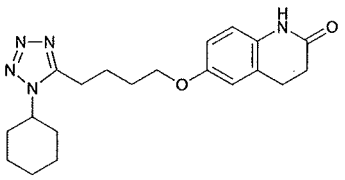
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シロスタゾール

Cilostazol



$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46

6-[4-(1-Cyclohexyl-1*H*-tetrazol-5-yl)butyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one

[*73963-72-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)98.5～101.5%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(99.5)又はアセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシロスタゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　158～162℃

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mL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．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，試料溶液のシロスタゾール以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の7／10倍より大きくない．また，試料溶液のシロスタゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の1.2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／酢酸エチル／メタノール混液(10：9：1)

流量：シロスタゾールの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシロスタゾールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たシロスタゾールのピーク面積が，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液1mLを正確に量り，3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン5mgをアセトニトリル10mLに溶かした液1mLを加え，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン，シロスタゾールの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロスタゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びシロスタゾール標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれにメタノールを加えて溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとする．これらの液1mLずつをとり，それぞれにメタノールを加えて10mL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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(10：7：3)

流量：シロスタゾールの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロスタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積

に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準
偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

シロスタゾール錠

Cilostazol Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46)を含む．

製法　本品は「シロスタゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「シロスタゾール」50mgに対応する量をとり，アセトン10mLを加えてよくかき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品25mgをアセトン5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液6μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトニトリル／メタノール／ギ酸混液(75：25：5：1)を展開溶媒として約12cm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噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットはだいだい色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2mLを加えて錠剤を崩壊させた後，50mg錠では内標準溶液5mL，100mg錠では内標準溶液10mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，50mg錠では10分間，100mg錠では20分間よく振り混ぜる．この液1mLをとり，メタノールを加えて50mg錠では10mL，100mg錠では20mLとした後，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 50$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

溶出性〈6.10〉　試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→1000)900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠の45分間の溶出率は75%以上であり，100mg錠の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中にシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)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とし，試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長257nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)約50mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとし，10分間よく振り混ぜる．この液1mLをとり，メタノールを加えて10mLとした後，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，メタノールを加えて50mLとする．この液1mLをとり，メタノールを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

試験条件

「シロスタゾール」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

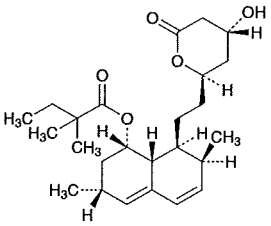
システムの性能：「シロスタゾール」の定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液10μL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シロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

シンバスタチン

Simvastatin



$C_{25}H_{38}O_5$：418.57

(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8a*R*)-8-{2-[(2*R*,4*R*)-4-Hydroxy-6-oxotetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]ethyl}-3,7-dimethyl-1,2,3,7,8,8a-hexahydronaphthalen-1-yl 2,2-dimethylbutanoate

[*79902-63-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)98.0～101.0%を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシンバスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋285～＋300°(乾燥物に換算したもの50mg，アセトニトリル，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1gをメタノール10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長440nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硫酸2mLを加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mL及び硫酸1mLを加え，白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．灰化が不十分なときには，更に硝酸0.5mLを加え，同様に弱く加熱した後，500～600℃で強熱し，完全に灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，以下第2法により操作し，試験を行う．ただし，比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品30mgをアセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，シンバスタチンに対する相対保持時間約0.45，約0.80，約2.42及び約3.80のピークの量はそれぞれ0.2%以下，相対保持時間約2.38のピークの量は0.3%以下，相対保持時間約0.60のピークの量は0.4%以下であり，シンバスタチン及び上記のピーク以外のピークの量は0.1%以下である．また，シンバスタチン及びシンバスタチンに対する相対保持時間約0.60以外のピークの合計量は1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)

移動相B：リン酸の液体クロマトグラフィー用アセトニトリル溶液(1→1000)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 4.5	100	0
4.5 ～ 4.6	100 → 95	0 → 5
4.6 ～ 8.0	95 → 25	5 → 75
8.0 ～ 11.5	25	75

流量：毎分3.0mL

面積測定範囲：シンバスタチンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液0.5mLにアセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)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2mLを正確に量り，アセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たシンバスタチンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の16～24%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びシンバスタチン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約30mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル／pH4.0の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)に溶かし，正確に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ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー

〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シンバスチタン($C_{25}H_{38}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238nm)

カラム：内径4.6mm，長さ33mmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

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

流量：シンバスタチンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ロバスタチン3mgを標準溶液2mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロバスタチン，シンバスタチンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器．

常水

Water

H_2O : 18.02

本品は，水道法第4条に基づく水質基準(平成15年厚生労働省令第101号)に適合する．なお，本品を井水，工業用水等から各施設において製造する場合は，当該基準によるほか，次の試験に適合する水とする．

純度試験 アンモニウム〈*1.02*〉 本品30mLを検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液0.15mLにアンモニウム試験用水を加えて30mLとする(0.05mg/L以下)．

精製水

Purified Water

本品は，イオン交換，蒸留，逆浸透又は限外ろ過などを単独あるいは組み合わせたシステムにより，「常水」より製したものである．

本品は，製造後，速やかに用いる．ただし，微生物の増殖抑制が図られる場合，一時的にこれを保存することができる．

性状 本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験 有機体炭素〈2.59〉 試験を行うとき，0.50mg/L以下である．

導電率〈2.51〉 次の方法により試験を行うとき，本品の導電率(25℃)は2.1μS·cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，かき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS·cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

なお，導電率の測定が25℃ではなく，15～30℃の範囲にある温度T℃で行われた場合は，次の補正式を用いて25℃における導電率κ_{25}(μS·cm^{-1})に換算する．

$$\kappa_{25} = \kappa_T \times \{1 + 0.021(25 - T)\}$$

κ_T：温度T(℃)における導電率の実測値(μS·cm^{-1})

T：測定温度(℃)

精製水(容器入り)

Purified Water in Containers

本品は「精製水」を気密容器に入れたものである．

ただし，(容器入り)を省略して表示することができる．

性状 本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品100mLに希硫酸10mLを加えて煮沸し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率 〈*2.51*〉 次の方法により試験を行うとき，内容量が10mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25μS·cm^{-1}以下であり，内容量が10mLを超える製品の場合は，5μS·cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，かき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS·cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

なお，導電率の測定が25℃ではなく，15～30℃の範囲にある温度Tで行われた場合は，次の補正式を用いて25℃における導電率κ_{25}(μS·cm^{-1})に換算する．

$$\kappa_{25} = \kappa_T \times \{1 + 0.021(25 - T)\}$$

κ_T：温度T(℃)における導電率の実測値(μS·cm^{-1})

T：測定温度(℃)

微生物限度 〈*4.05*〉 本品1mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFUである．ただし，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用いる．

貯法 容器 気密容器．

滅菌精製水(容器入り)

Sterile Purified Water in Containers

滅菌精製水

本品は「精製水」を密封容器に入れ，滅菌して製したもの，又はあらかじめ滅菌した「精製水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封して製したものである．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100mLに希硫酸10mLを加えて煮沸し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率 〈*2.51*〉　次の方法により試験を行うとき，内容量が10mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25μS・cm^{-1}以下であり，内容量が10mLを超える製品の場合は，5μS・cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，かき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS・cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

なお，導電率の測定が25℃ではなく，15～30℃の範囲にある温度Tで行われた場合は，次の補正式を用いて25℃における導電率κ_{25}(μS・cm^{-1})に換算する．

$$\kappa_{25} = \kappa_T \times \{1 + 0.021(25 - T)\}$$

κ_T：温度T(℃)における導電率の実測値(μS・cm^{-1})

T：測定温度(℃)

無菌 〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．

貯法　容器　密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

注射用水

Water for Injection

本品は，「常水」にイオン交換，逆浸透等による適切な前処理を行った水又は「精製水」の，蒸留又は超ろ過により製したものである．

本品を超ろ過法(逆浸透膜，分子量約6000以上の物質を除去できる限外ろ過膜，又はこれらの膜を組み合わせた製造システムにより水を精製する方法)により製する場合，微生物による製造システムの汚染に特に注意し，蒸留法により製したものと同等の水質をもつものとする．

本品は，製造後，速やかに用いる．ただし，高温循環させるなど，微生物の増殖が抑制されるシステムが構築されている場合，一時的にこれを保存することができる．

性状 本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験 有機体炭素 〈*2.59*〉 試験を行うとき，0.50mg/L以下である．

導電率 〈*2.51*〉 次の方法により試験を行うとき，本品の導電率(25℃)は2.1μS·cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，かき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS·cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

なお，導電率の測定が25℃ではなく，15～30℃の範囲にある温度Tで行われた場合は，次の補正式を用いて25℃における導電率κ_{25}(μS·cm^{-1})に換算する．

$$\kappa_{25} = \kappa_T \times \{1 + 0.021(25 - T)\}$$

κ_T：温度T(℃)における導電率の実測値(μS·cm^{-1})

T：測定温度(℃)

エンドトキシン 〈*4.01*〉 0.25EU/mL未満．

注射用水(容器入り)

Sterile Water for Injection in Containers

本品は「注射用水」を密封容器に入れ，滅菌して製したもの，又はあらかじめ滅菌した「注射用水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封して製したものである．

ただし，(容器入り)を省略して表示することができる．

なお，蒸留法により製した「注射用水」を用いて本品を製造した場合，別名として注射用蒸留水と表示することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100mLに希硫酸10mLを加えて煮沸し，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液0.10mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率 *〈2.51〉*　次の方法により試験を行うとき，内容量が10mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25μS·cm^{-1}以下であり，内容量が10mLを超える製品の場合は，5μS·cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，かき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1μS·cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

なお，導電率の測定が25℃ではなく，15～30℃の範囲にある温度Tで行われた場合は，次の補正式を用いて25℃における導電率κ_{25}(μS·cm^{-1})に換算する．

$$\kappa_{25} = \kappa_T \times \{1 + 0.021(25 - T)\}$$

κ_T：温度T(℃)における導電率の実測値(μS·cm^{-1})

T：測定温度(℃)

エンドトキシン *〈4.01〉*　0.25EU/mL未満．

採取容量 *〈6.05〉*　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 *〈6.06〉*　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 *〈6.07〉*　試験を行うとき，適合する．

無菌 *〈4.06〉*　試験を行うとき，適合する．

貯法　容器　密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

乾燥水酸化アルミニウムゲル

Dried Aluminum Hydroxide Gel

本品は定量するとき，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96)50.0%以上を含む．

性状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，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．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に大部分溶ける．

確認試験　本品0.2gに希塩酸20mLを加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　液性　本品1.0gに水25mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに希硝酸30mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLに希硝酸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0.40mLを加える(0.284%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに希塩酸15mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて250mLとし，遠心分離する．上澄液25mLに希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下)．

（4）　硝酸塩　本品0.10gに水5mLを加え，更に硫酸5mLを注意して加え，よく振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液2mLを層積するとき，その境界面に褐色の輪帯を生じない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gに希塩酸10mLを加え，加熱して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸10mLを蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.8gに希硫酸10mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，ろ過する．ろ液5mLをとり，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下)．

制酸力　本品約0.2gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1mol/L塩酸100mLを正確に加え，密栓して37±2℃で1時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液50mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は250mL以上である．

定量法　本品約2gを精密に量り，塩酸15mLを加え，水浴上で振り混ぜながら30分間加熱し，冷後，水を加えて正確に500mLとする．この液20mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え，pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)55mLを加え，0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝2.549mg Al_2O_3

貯法　容器　気密容器．

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

本品は定量するとき，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96)47.0%以上を含む．

製法　本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品0.2gに希塩酸20mLを加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

粒度〈*6.03*〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

制酸力　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の制酸力を準用する．ただし，本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は235mL以上である．

定量法　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の定量法を準用する．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝2.549mg Al_2O_3

貯法　容器　気密容器．

1 水酸化カリウム

2 Potassium Hydroxide

3 KOH：56.11

4 　本品は定量するとき，水酸化カリウム(KOH)85.0%以上
5 を含む．
6 **性状**　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，
7 堅く，もろく，断面は結晶性である．
8 　本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエー
9 テルにほとんど溶けない．
10 　本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．
11 　本品は湿気によって潮解する．
12 **確認試験**
13 （1）　本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である．
14 （2）　本品の水溶液(1→25)はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉
15 を呈する．
16 **純度試験**
17 （1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄
18 明である．
19 （2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gを水に溶かし100mLとし，
20 この液25mLに希硝酸8mL及び水を加えて50mLとする．こ
21 れを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸
22 0.7mLを加える(0.050%以下)．
23 （3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを水5mLに溶かし，希塩酸
24 7mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL，希酢
25 酸2mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加
26 えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は
27 希塩酸7mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液
28 3.0mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下)．
29 （4）　ナトリウム　本品0.10gを希塩酸10mLに溶かし，こ
30 の液につき炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄
31 色を呈しない．
32 （5）　炭酸カリウム　定量法で得たB(mL)から次の式によっ
33 て計算するとき，炭酸カリウム(K_2CO_3：138.21)の量は
34 2.0%以下である．

35 炭酸カリウムの量(mg)＝$138.21 \times B$

36 **定量法**　本品約1.5gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水
37 40mLを加えて溶かし，15℃に冷却した後，フェノールフタ
38 レイン試液2滴を加え，0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の
39 赤色が消えたときの0.5mol/L硫酸の量をA(mL)とする．更に
40 この液にメチルオレンジ試液2滴を加え，再び0.5mol/L硫酸
41 で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの
42 0.5mol/L硫酸の量をB(mL)とする．($A-B$)mLから水酸化カ
43 リウム(KOH)の量を求める．

44 0.5mol/L硫酸1mL＝56.11mg KOH

45 **貯法**　容器　気密容器．

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消石灰

$Ca(OH)_2$: 74.09

　本品は定量するとき，水酸化カルシウム[$Ca(OH)_2$]90.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末で，味はわずかに苦い．

　本品は水に溶けにくく，熱湯に極めて溶けにくく，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．

　本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に溶ける．

　本品は空気中で二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品に3～4倍量の水を加えるとき泥状となり，アルカリ性を呈する．

（2）　本品1gを希酢酸30mLに溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5gに水100mLを加え，かき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸1mLを加える．この液を5分間煮沸し，冷後，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は25mg以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを希塩酸10mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水40mLに溶かし，ろ過する．ろ液20mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸5mLを水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下)．

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0gに水20mL及び希塩酸10mLを加えて溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，よく振り混ぜてろ過する．ろ液50mLに硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで600℃で強熱するとき，その量は24mg以下である．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(4ppm以下)．

定量法　本品約1gを精密に量り，希塩酸10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水90mL及び8mol/L水酸化カリウム試液1.5mLを加えて振り混ぜ，3～5分間放置した後，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．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

　＝3.705mg $Ca(OH)_2$

貯法　容器　気密容器．

水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

NaOH : 40.00

本品は定量するとき，水酸化ナトリウム(NaOH)95.0%以上を含む．

性状 本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である．

（2） 本品の水溶液(1→25)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品2.0gを水に溶かし100mLとし，この液25mLに希硝酸10mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.7mLを加える(0.050%以下)．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gを水5mLに溶かし，希塩酸11mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL，希酢酸2mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸11mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下)．

（4） カリウム 本品0.10gを水に溶かし40mLとする．この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30)5.0mLを加え，直ちに振り混ぜ，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム9.5mgを水に溶かし，1000mLとする．この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

（5） 炭酸ナトリウム 定量法で得たB(mL)から次の式によって計算するとき，炭酸ナトリウム(Na_2CO_3 : 105.99)の量は2.0%以下である．

炭酸ナトリウムの量(mg)$=105.99\times B$

（6） 水銀 本品2.0gに過マンガン酸カリウム溶液(3→50)1mL及び水30mLを加えて溶かす，これに精製塩酸を徐々に加えて中和し，更に薄めた硫酸(1→2)5mLを加え，これに二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0mLをとり，過マンガン酸カリウム溶液(3→50)1mL，水30mL及び試料溶液の調製に使用した量の精製塩酸を加え，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度をA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい．

定量法 本品約1.5gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水40mLを加えて溶かし，15℃に冷却した後，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの0.5mol/L硫酸の量をA(mL)とする．更にこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え，再び0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの0.5mol/L硫酸の量をB(mL)とする．($A-B$)mLから水酸化ナトリウム(NaOH)の量を計算する．

0.5mol/L硫酸1mL＝40.00mg NaOH

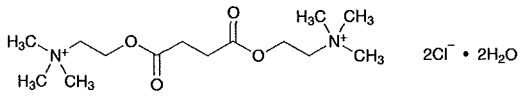
貯法 容器 気密容器．

スキサメトニウム塩化物水和物

Suxamethonium Chloride Hydrate

塩化スキサメトニウム

スキサメトニウム塩化物



$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$: 397.34

2,2′-Succinyldioxybis(*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium) dichloride dihydrate

[*6101-15-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$: 361.31)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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)に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

融点〈*2.60*〉　159～164℃(未乾燥)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品0.25gを水5mL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．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(IV)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，15分間放置した後観察するとき，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．

水分〈*2.48*〉　8.0～10.0%(0.4g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.07mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法　容器　気密容器．

スキサメトニウム塩化物注射液

Suxamethonium Chloride Injection

塩化スキサメトニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)の量で表示する．

製法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05gに対応する容量をとり，水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム0.05gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(IV)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

pH〈*2.54*〉　3.0～5.0

純度試験　加水分解物　定量法における初めの中和に消費する0.1mol/L水酸化ナトリウム液の量は，スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)200mgにつき0.7mL以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　2.0EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)約0.2gに対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，新たに煮沸して冷却した水30mLを加え，ジエチルエーテル20mLずつで5回洗う．全ジエチルエーテル洗液を合わせ，新たに煮沸して冷却した水10mLずつで2回抽出する．この水抽出液を合わせ，ジエチルエーテル10mLずつで2回洗い，水層は初めの水溶液に合わせ，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和する．次に0.1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，還流冷却器を付けて40分間煮沸する．冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する．新たに煮沸して冷却した水50mLをフラスコに入れ，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和する．以下同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝18.07mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法

保存条件　凍結を避け，5℃以下で保存する．

容器　密封容器．

有効期限　製造後12箇月．

1 注射用スキサメトニウム塩化物

Suxamethonium Chloride for Injection

注射用塩化スキサメトニウム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)の量で表示する．

製法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05gに対応する量をとり，水に溶かし，10mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム0.05gを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(IV)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.25gに対応する量をとり，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の純度試験(2)を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉　1.5EU/mg未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約0.5gを精密に量り，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の定量法を準用する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.07mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

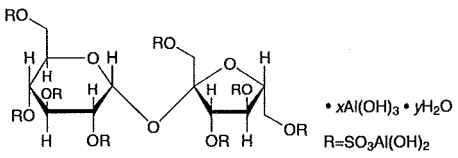
貯法　容器　密封容器．

スクラルファート水和物

Sucralfate Hydrate

ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩

スクラルファート



$C_{12}H_{30}Al_8O_{51}S_8 \cdot x\mathrm{Al(OH)_3} \cdot y\mathrm{H_2O}$

[*54182-58-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アルミニウム(Al：26.98)17.0～21.0%及びショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$：982.80)として34.0～43.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，熱湯，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．

本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.05gを小試験管にとり，ナトリウムの新しい切片0.05gを加え，注意しながら加熱融解し，直ちに水100mLの中に入れ，小試験管を割り，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品40mgを希硫酸2mLに溶かし，アントロン試液2mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面は青色を呈し，徐々に青緑色に変わる．

（3）　本品0.5gを希塩酸10mLに溶かした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを希硫酸10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸30mLに溶かし，沸騰するまで穏やかに加熱する．冷後，水を加えて100mLとし，この液10mLに希硝酸3mL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0.70mLを加える(0.50%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，塩化ナトリウム溶液(1→5)20mL及び希塩酸1mLを加えて溶かし，これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸1mLを水浴上で蒸発乾固し，これに塩化ナトリウム溶液(1→5)20mL，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　遊離アルミニウム　本品3.0gに水50mLを加え，水浴中で5分間加熱し，冷後，ろ過し，残留物を水5mLずつで4回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸2mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液50mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，pH4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)50mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液3mL)．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う(0.2%以下)．

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

（6）　類縁物質　定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた試料溶液50μLにつき，定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積の比を求めるとき，0.1以下である．

検出感度：定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた標準溶液50μLから得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの60～100%になるように調整する．

乾燥減量〈*2.41*〉　14.0%以下(1g，105℃，3時間)．

制酸力　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，200mLの共栓三角フラスコに入れ，0.1mol/L塩酸100mLを正確に加え，密栓して37±2℃で正確に1時間振り混ぜ(振とう速度毎分150回，振幅20mm)た後，5分間水冷する．上澄液10mLを正確に量り，過量の酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液でpH3.5になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．本品1gにつき，0.1mol/L塩酸の消費量は130mL以上である．

定量法

（1）　アルミニウム　本品約1gを精密に量り，希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に250mLとする．この液25mLを正確に量り，0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え，pH4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95)50mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液3mL)．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

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

（2）　ショ糖オクタ硫酸エステル　本品約0.55gを精密に量り，硫酸・水酸化ナトリウム試液10mLを正確に加え，激しく振り混ぜた後，30℃以下に保ちながら5分間超音波を照射して溶かす．次に0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約0.25gを精密に量り，移動相を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶

液は速やかに調製し，直ちに試験を行う．試料溶液及び標準溶液50μL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．それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 0.763$

M_S：脱水物に換算したショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の秤取量(mg)

操作条件
検出器：示差屈折計
カラム：内径約4mm，長さ約30cmのステンレス管に約8μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：硫酸アンモニウム適当量(26～132g)を水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整する．硫酸アンモニウムの量は，ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し，冷後，直ちに試験を行うとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピークが，ほぼベースラインに戻り，かつ，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出する量とする．
流量：ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が6～11分になるように調整する．
カラムの選定：ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し，冷後，直ちにこの液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持時間約0.7の類縁物質の分離度が1.5以上のものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

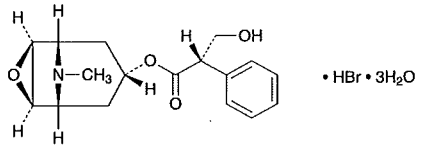
貯法　容器　気密容器．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物

Scopolamine Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸スコポラミン

スコポラミン臭化水素酸塩



$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$: 438.31

(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Methyl-3-oxa-9-azatricyclo[3.3.1.$0^{2,4}$]non-7-yl(2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate

[*6533-68-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スコポラミン臭化水素酸塩($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$: 384.26)98.5%以上を含む．

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の粒，若しくは粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgに発煙硝酸3～4滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を*N,N*-ジメチルホルムアミド1mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$: −24.0～−26.0°(乾燥後，0.5g，水，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　195～199℃(乾燥後，あらかじめ浴液を180℃に加熱しておく)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品0.50gを水15mLに溶かし，0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.50mL及びメチルレッド・メチレンブルー試液1滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（3）　アポアトロピン　本品0.20gを水20mLに溶かし，0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.60mLを加え，5分間放置するとき，液の赤色は消えない．

（4）　類縁物質　本品0.15gを水3mLに溶かし，試料溶液とする．

（i）　試料溶液1mLにアンモニア試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

（ii）　試料溶液1mLに水酸化カリウム試液2～3滴を加えるとき，液は白濁することがあっても少時の後，澄明となる．

乾燥減量〈*2.41*〉　13.0%以下[1.5g，初めデシケーター(シリカゲル)で24時間，次に105℃で3時間乾燥する]．

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，酢酸(100)10mLを加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸40mL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＝38.43mg $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ステアリルアルコール

Stearyl Alcohol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてステアリルアルコール($C_{18}H_{38}O$：270.49)からなる．

性状　本品は白色のろう様物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*1.13*〉　56～62℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約17mm，高さ約170mmの試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約25mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水を入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸価〈*1.13*〉　1.0以下．

エステル価〈*1.13*〉　3.0以下．

水酸基価〈*1.13*〉　200～220

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0以下．

純度試験

（1）　溶状　本品3.0gをエタノール(99.5)25mLに加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　アルカリ　(1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(2g)．

貯法　容器　密閉容器．

ステアリン酸

Stearic Acid

本品は脂肪から製した固形の脂肪酸で，主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)からなる．

性状　本品は白色のろう状あるいは結晶性の塊又は粉末で，わずかに脂肪のにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：56～72℃

酸価 〈*1.13*〉　194～210

ヨウ素価 〈*1.13*〉　4.0以下．

純度試験

（1）　鉱酸　本品5gを加温して融解し，熱湯5mLを加えて2分間振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液にメチルオレンジ試液1滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（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)．

（3）　脂肪又はパラフィン　本品1.0gに無水炭酸ナトリウム0.5g及び水30mLを加えて煮沸するとき，液は熱時，澄明か又は混濁することがあっても次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸0.70mLに希硝酸6mL及び水を加えて30mLとし，硝酸銀試液1mLを加える．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

貯法　容器　密閉容器．

ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

本品は主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)のカルシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，カルシウム(Ca：40.08)6.4～7.1%を含む．

性状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな触感があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，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．

確認試験

（1）　本品3gに薄めた塩酸(1→2)20mL及びジエチルエーテル30mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置する．分離した水層はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(4)を呈する．

（2）　(1)のジエチルエーテル層を分取し，希塩酸20mL，10mL，次に水20mLを用いて順次洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は54℃以上である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水20mL及び希酢酸2mLを加え，2分間加温し，冷後，ろ過し，水15mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸2mLを水浴上で蒸発乾固し，これに希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに薄めた塩酸(1→2)5mL及びクロロホルム20mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置して水層を分取し，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で10分間加温した後，温湯10mL，10mL及び5mLを用いてフラスコに移し入れ，次に液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え，更に0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mL，pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mL，エリオクロムブラックT試液4滴及びメチルエロー試液5滴を加えた後，直ちに過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05mol/L塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が消え，赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝2.004mg Ca

貯法　容器　密閉容器．

ステアリン酸ポリオキシル40

Polyoxyl 40 Stearate

ポリオキシル40モノステアリン酸エステル

本品は酸化エチレンの縮重合体のモノステアリン酸エステルで，$H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$で表され，$n$は約40である．

性状　本品は白色～淡黄色のろう様の塊又は粉末で，においはないか，又はわずかに脂肪様のにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

凝固点 〈*2.42*〉　39.0～44.0℃

脂肪酸の凝固点 〈*1.13*〉　53℃以上．

酸価 〈*1.13*〉　1以下．

けん化価 〈*1.13*〉　25～35

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（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)．

（3）　ヒ素 〈*1.11*〉　本品0.67gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3ppm以下)．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

貯法　容器　気密容器．

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

本品は主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)のマグネシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，マグネシウム(Mg：24.31)4.0～5.0%を含む．

性状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな感触があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5.0gを丸底フラスコにとり，過酸化物を含まないジエチルエーテル50mL，希硝酸20mL及び水20mLを加え，還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する．冷後，フラスコの内容物を分液漏斗に移し，振り混ぜた後，放置して水層を分取する．ジエチルエーテル層は水4mLで2回抽出し，抽出液を先の水層に合わせる．この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル15mLで洗った後，50mLのメスフラスコに移し，水を加えて正確に50mLとした後，振り混ぜて試料溶液とする．この液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　純度試験(5)において，試料溶液から得たステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルに相当するピークの保持時間は，システム適合性試験用溶液から得たステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間に等しい．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加え，振り混ぜながら水浴上で1分間加熱し，冷後，ろ過する．このろ液10mLにブロモチモールブルー試液0.05mLを加える．この液に0.1mol/L塩酸又は0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.05mLを正確に加えるとき，液の色は変わる．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　確認試験(1)で得た試料溶液10.0mLにつき試験を行う．比較液には0.02mol/L塩酸1.40mLを加える(0.10%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　確認試験(1)で得た試料溶液10.0mLにつき試験を行う．比較液には0.01mol/L硫酸10.2mLを加える(1.0%以下)．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，初めは弱く加熱し，次に約500±25℃で強熱して灰化する．冷後，塩酸2mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水20mL及び希酢酸2mLを加え，2分間加温し，冷後，ろ過し，ろ紙を水15mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸2mLを水浴上で蒸発し，これに希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（5）　ステアリン酸・パルミチン酸含量比　本品0.10gを正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0mLを加えて振り混ぜ，溶けるまで約10分間加熱する．冷却器からヘプタン4.0mLを加え，約10分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液20mLを加えて振り混ぜ，放置して液を二層に分離させる．分離したヘプタン層を，あらかじめヘプタンで洗った約0.1gの無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる．この液1.0mLを10mLのメスフラスコにとり，ヘプタンを加えて正確に10mLとし，振り混ぜ，試料溶液とする．試料溶液1μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積A及び得られたすべての脂肪酸エステルのピーク面積B(検出したすべてのピークの面積)を測定し，本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率(%)を次式により計算する．

$$\text{ステアリン酸の比率(\%)} = A / B \times 100$$

同様に，本品中に含まれるパルミチン酸の比率(%)を計算する．ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルの合計ピーク面積は，クロマトグラムで得られたすべての脂肪酸エステルのピークの合計面積の，それぞれ40%以上及び90%以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32mm，長さ30mの石英製カラムの内面に厚さ0.5μmでガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール15000－ジエポキシドを被覆したもの．

カラム温度：試料注入後2分間70℃に保ち，その後，毎分5℃の速度で240℃まで上昇させた後，この温度を5分間維持する．

注入口温度：220℃付近の一定温度

検出器温度：260℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ステアリン酸メチルの保持時間が約32分になるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

面積測定範囲：溶媒のピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：デシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥したガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ50mgを正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0mLを加えて振り混ぜ，以下，試料溶液と同様に操作し，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，ヘプタンを加えて正確に10mLとする．この液1μLから得たステアリン酸メチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のステアリン酸メチルのピーク面積の5～15%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルミチン酸メチル，ステアリン酸メチルの順に溶出し，ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.86で，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は6.0%以下である．また，この繰り返しで得

られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量 〈2.41〉　6.0%以下(2g，105℃恒量)．

微生物限度 〈4.05〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は5×10^2CFUである．またサルモネラ及び大腸菌は認めない．

定量法　本品を乾燥し，約0.5gを精密に量り，250mLのフラスコにとり，これにエタノール(99.5)／1－ブタノール混液(1：1)50mL，アンモニア水(28)5mL，pH10の塩化アンモニウム緩衝液3mL，0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30.0mL及びエリオクロムブラックT試液1～2滴を加え，振り混ぜる．この液が澄明となるまで45～50℃で加熱し，冷後，過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.1mol/L硫酸亜鉛液で液が青色から紫色に変わるまで滴定 〈2.50〉 する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

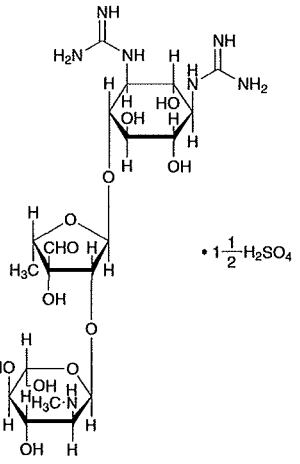
0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝2.431mg Mg

貯法　容器　気密容器．

ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate

硫酸ストレプトマイシン



$\cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$

$C_{21}H_{39}N_7O_{12} \cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$: 728.69

2-Deoxy-2-methylamino-α-L-glucopyranosyl-(1→2)-5-deoxy-3-*C*-formyl-α-L-lyxofuranosyl-(1→4)-*N*,*N*'-diamidino-D-streptamine sesquisulfate

[*3810-74-0*]

本品は，*Streptomyces griseus*の培養によって得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塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり740～820μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ストレプトマイシン($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$: 581.57)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品50mgを水5mLに溶かし，ニンヒドリン試液1mL及びピリジン0.5mLを加え，10分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品及びストレプトマイシン硫酸塩標準品10mgずつを水10mL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，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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液(7→100)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ジヒドロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1→500)／薄めた硫酸(1→5)混液(1：1)を均等に噴霧した後，約150℃で約5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得た主スポットは同様の色調を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3） 本品の水溶液(1→5)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$: －79～－88°(乾燥物に換算したもの0.5g，水，50mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品2.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0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～微黄色澄明である．

（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)．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4） 類縁物質 本品0.20gを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)に溶かして5mLとし，還流冷却器を付けて1時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール／硫酸混液(97：3)適量で洗い，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にD－マンノース36mgを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)に溶かして5mLとし，還流冷却器を付けて1時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール／硫酸混液(97：3)適量で洗い，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)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10μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン／メタノール／酢酸(100)混液(2：1：1)を展開溶媒として13～15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ジヒドロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1→500)／薄めた硫酸(1→5)混液(1：1)を均等に噴霧した後，110℃で5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0%以下(1g)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii） 培地 培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8～8.0とする．

(iii) 標準溶液 ストレプトマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)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．

(iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

注射用ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate for Injection

注射用硫酸ストレプトマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するストレプトマイシン($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57)を含む．

製法　本品は「ストレプトマイシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色又は淡黄白色の塊又は粉末である．

確認試験　「ストレプトマイシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ 〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」1.0g(力価)に対応する量をとり，水3mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.50以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉　4.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.10EU/mg(力価)未満．

製剤均一性 〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法 〈*4.02*〉 の円筒平板法により試験を行う．

(ｉ)　試験菌，培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

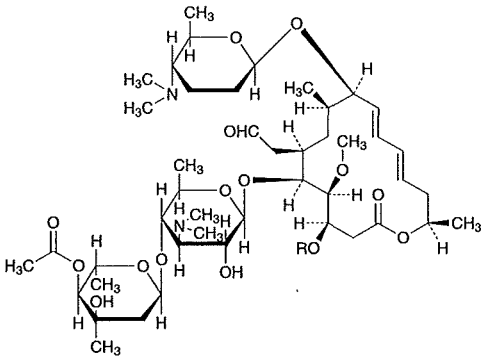
(ii)　試料溶液　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ストレプトマイシン硫酸塩」約1g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に200mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

スピラマイシン酢酸エステル

Spiramycin Acetate

アセチルスピラマイシン



スピラマイシン酢酸エステル Ⅱ　：R＝ —C(=O)CH3
（スピラマイシン酢酸エステル Ⅰ）

スピラマイシン酢酸エステル Ⅲ　：R＝ —C(=O)CH2CH3

(スピラマイシン酢酸エステルⅡ(スピラマイシン酢酸エステルⅠ))
(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

(スピラマイシン酢酸エステルⅢ)
(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propionyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide
[*74014-51-0*, スピラマイシン酢酸エステル]

本品は，*Streptomyces ambofaciens*の培養によって得ら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の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900～1450μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スピラマイシン酢酸エステルⅡ($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$：927.13)としての量をスピラマイシン酢酸エステル質量(力価)で示し，スピラマイシン酢酸エステル1mg(力価)はスピラマイシン酢酸エステルⅡ($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$)0.7225mgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

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

（2）　本品を乾燥し，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．

成分含量比　本品25mgを移動相25mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，スピラマイシン酢酸エステルⅡ，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのピーク面積$A_{Ⅱ}$，$A_{Ⅲ}$，$A_{Ⅳ}$，$A_{Ⅴ}$，$A_{Ⅵ}$及び$A_{Ⅶ}$を自動積分法により測定し，これらのピーク面積の和に対する$A_{Ⅱ}$，$A_{Ⅳ}$及び$A_{Ⅲ}$と$A_{Ⅴ}$の和の割合を求めるとき，$A_{Ⅱ}$は30～45%，$A_{Ⅳ}$は30～45%，$A_{Ⅲ}$と$A_{Ⅴ}$の和は25%以下である．ただし，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのスピラマイシン酢酸エステルⅡに対する相対保持時間はそれぞれ1.3，1.7，2.3，0.85及び1.4である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：231nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液／リン酸水素二カリウム溶液(87→25000)混液(26：7：7)

流量：スピラマイシン酢酸エステルⅡ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：スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品25mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ14500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：試料溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

（1）　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1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

乾燥減量〈2.41〉　3.0%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.5%以下(1g)．

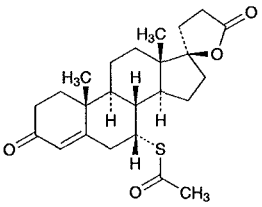
定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．
(ii)　培地　培地(1)の1)のiを用いる．
(iii)　標準溶液　スピラマイシン酢酸エステルII標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20mLに溶かし，更に，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)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．
(iv)　試料溶液　本品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20mLに溶かし，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

スピロノラクトン

Spironolactone



$C_{24}H_{32}O_4S$：416.57

7α-Acetylsulfanyl-3-oxo-17α-pregn-4-ene-21,17-carbolactone

[*52-01-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：198～207℃　125℃の浴液中に挿入し，140～185℃の間は1分間に約10℃，その前後は1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスピロノラクトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，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スピロノラクトン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びスピロノラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33～－37°(乾燥後，0.25g，クロロホルム，25mL，200mm)．

純度試験

（1）　メルカプト化合物　本品2.0gに水20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液10mLにデンプン試液1mL及び0.01mol/Lヨウ素液0.05mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　類縁物質　本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)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5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸*n*－ブチルを展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のメタノール溶液(1→10)を均等に噴霧した後，105℃で10分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，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℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mg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250mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に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につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長238nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

スピロノラクトン錠

Spironolactone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$：416.57)を含む．

製法 本品は「スピロノラクトン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「スピロノラクトン」10mgに対応する量をとり，メタノール100mLを加えて激しくかき混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLをとり，メタノールを加えて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するとき，波長236～240nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約0.5mgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確にV mLとする．30分間かき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液にポリソルベート80 1gに水を加えて500mLとした液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，25mg錠及び50mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約14μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，エタノール(95)20mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長243nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量(mg)

定量法 本品10個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約50mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．30分間かき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50mL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〉により試験を行い，それぞれの液のスピロノラクトンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：25°C付近の一定温度
- 移動相：メタノール／水混液(3：2)
- 流量：スピロノラクトンの保持時間が約11分になるように調整する．

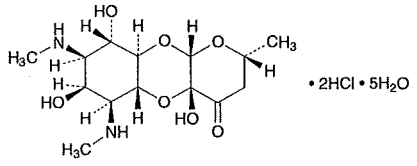
システム適合性
- システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スピロノラクトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．
- システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピロノラクトンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

スペクチノマイシン塩酸塩水和物

Spectinomycin Hydrochloride Hydrate

塩酸スペクチノマイシン



$\cdot 2HCl \cdot 5H_2O$

$C_{14}H_{24}N_2O_7 \cdot 2HCl \cdot 5H_2O$: 495.35

(2*R*,4a*R*,5a*R*,6*S*,7*S*,8*R*,9*S*,9a*R*,10a*S*)-
4a,7,9-Trihydroxy-2-methyl-6,8-bis(methylamino)-
2,3,4a,5a,6,7,8,9,9a,10a-decahydro-
4*H*-pyrano[2,3-*b*][1,4]benzodioxin-4-one
dihydrochloride pentahydrate
[*22189-32-8*]

本品は，*Streptomyces spectabilis*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，1mg当たり603～713μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$: 332.35)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

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．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLにアントロン試液を穏やかに加えるとき，接界面は，青色～青緑色を呈する．

（2）　本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，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→150)3mLに硝酸銀試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$: ＋15～＋21°(脱水物に換算したもの2.1g，水，25mL，200mm)．

ｐＨ〈2.54〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.6である．

水分〈2.48〉　16.0～20.0%(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の3)のｉを用いる．ただし，pHは7.8～8.0とする．

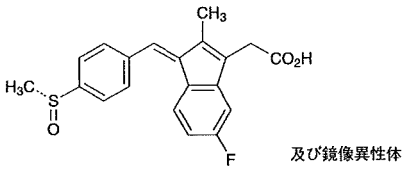
（ⅲ）　標準溶液　スペクチノマイシン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，10日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に200μg(力価)及び50μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

スリンダク

Sulindac



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{17}FO_3S$：356.41

(1*Z*)-(5-Fluoro-2-methyl-1-{4-[(*RS*)-methylsulfinyl]benzylidene}-1*H*-inden-3-yl)acetic acid

[*38194-50-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スリンダク($C_{20}H_{17}FO_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→100)は施光性を示さない．

融点：約184℃(分解)．

確認試験

（1）　本品15mgを塩酸のメタノール溶液(1→120)1000mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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)．

（2）　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)．

（3）　類縁物質　本品0.25gをとり，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5mL，4mL及び2mLを正確に量りそれぞれにメタノールを加えて正確に10mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(97：3)を展開溶媒として，約17cm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(1)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，その合計量は1.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧・0.7kPa以下，100℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，メタノール50mL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．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝35.64mg $C_{20}H_{17}FO_3S$

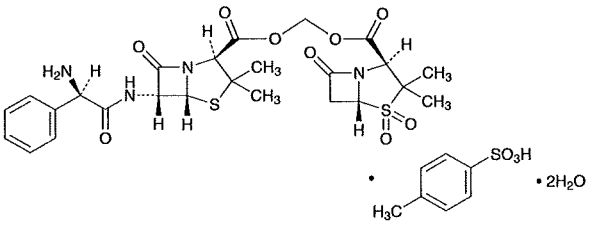
貯法　容器　気密容器．

スルタミシリントシル酸塩水和物

Sultamicillin Tosilate Hydrate

スルタミシリントシル酸塩

トシル酸スルタミシリン



$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2 \cdot C_7H_8O_3S \cdot 2H_2O$：802.89

(2*S*,5*R*)-(3,3-Dimethyl-4,4,7-trioxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ylcarbonyloxy)methyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monotosylate dihydrate

[*83105-70-8*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物1mg当たり698～800μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$：594.66)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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照スペクトル又はスルタミシリントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋173～＋187°(脱水物に換算したもの0.5g，水／アセトニトリル混液(3：2)，25mL，100mm)．

純度試験

（1）　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)．

（2）　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)．

（3）　アンピシリン　本操作は速やかに行う．本品約20mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液6mL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25μL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．それぞれの液のアンピシリンのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gに水約750mLを加えて溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル80mLに加え，1000mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンピシリン標準品12mg，スルバクタム標準品4mg及び*p*－トルエンスルホン酸一水和物4mgを移動相1000mLに溶かす．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，*p*－トルエンスルホン酸，アンピシリンの順に溶出し，それぞれの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　スルバクタム　本操作は速やかに行う．本品約20mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，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25μL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，それぞれの液のスルバクタムのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

（5）　ペニシロ酸　本品約25mgを精密に量り，100mLの共栓フラスコに入れ，アセトニトリル1mLに溶かし，pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液25mLを加える．この液に0.005mol/Lヨウ素液5mLを正確に加え，密栓して5分間放置した後，0.005mol/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1.0mL)．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸($C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$：630.69)の量は3.0%以下である．

0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL
＝0.2585mg $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

（6）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.1gを精密に量り，メタノール2mLに溶かし，更に水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に酢酸エチル約1gを精密に量り，水を混和し，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール10mLを加え，更に水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μL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，それぞれの液の酢酸エチルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，2.0%以下である．

酢酸エチルの量(%)＝$M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/5$

M_S：酢酸エチルの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)

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1mの管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085μm，300～400m^2/g)を充てんする．
カラム温度：155℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：酢酸エチルの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチ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500段以上，1.5以下である．
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，酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

水分 〈2.48〉　4.0～6.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本操作は速やかに行う．本品及びスルタミシリントシル酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mL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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルタミシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

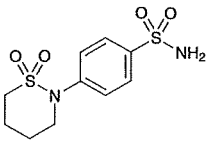
M_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→2500)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)
カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gに水約750mLを加えて溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて1000mLとする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル400mLに加えて1000mLとする．
流量：スルタミシリンの保持時間が約4分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，p－トルエンスルホン酸，スルタミシリン，内標準物質の順に溶出し，それぞれの分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルタミシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スルチアム

Sultiame



$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$：290.36

4-(3,4,5,6-Tetrahydro-2*H*-1,2-thiazin-2-yl)benzenesulfonamide S,S-dioxide

[*61-56-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルチアム($C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$)98.5%以上を含む．

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，味はわずかに苦い．

本品は*N,N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，*n*−ブチルアミンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.02gに水5mL及び*n*−ブチルアミン1mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2～3滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（2）　本品0.1gに炭酸ナトリウム十水和物0.5gを混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水10mLを加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液4mLに過酸化水素(30)2滴，薄めた塩酸(1→5)5mL及び塩化バリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，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．

融点〈*2.60*〉　185～188℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，加温して溶かし，冷後，酢酸(100)2mL及び水を加えて100mLとして振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液40mL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．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに水酸化ナトリウム試液8mL，酢酸(100)0.8mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.022%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液20mLを加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸8mL及び水を加えて100mLとして振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液40mLをとり，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.40mLに水酸化ナトリウム試液8mL，希塩酸4.2mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（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)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.10gをとり，メタノールに溶かし，正確に20mLとし，試料溶液とする．別にスルファニルアミド10mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に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20μL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／メタノール／アンモニア水(28)混液(30：8：1)を展開溶媒として約12cm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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

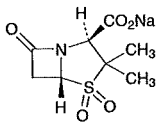
定量法　本品を乾燥し，その約0.8gを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミド70mLに溶かし，0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝58.07mg $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$

貯法　容器　密閉容器．

スルバクタムナトリウム

Sulbactam Sodium



$C_8H_{10}NNaO_5S$：255.22

Monosodium(2*S*,5*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide

[*69388-84-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり875～941μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$：233.24)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋219～＋233°(1g，水，100mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.2～7.2である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（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)．

（3） 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)．

（4） スルバクタムペニシラミン 本品約0.2gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約40mgを精密に量り，水2mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液0.5mLを加え，室温で10分間放置した後，1mol/L塩酸試液0.5mLを加え，更に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，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*〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法で測定するとき，スルバクタムペニシラミンの量は1.0%以下である．

スルバクタムペニシラミンの量(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$

M_S：スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 1.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品及びスルバクタム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量[μg(力価)]

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

M_S：スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：0.005mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液750mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250mLを加える．

流量：スルバクタムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

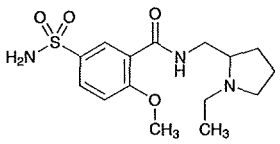
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

スルピリド

Sulpiride



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43

N-(1-Ethylpyrrolidin-2-ylmethyl)-2-methoxy-5-sulfamoylbenzamide

[*15676-16-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)又は希酢酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は0.05mol/L硫酸試液に溶ける．

本品のメタノール溶液(1→100)は，旋光性を示さない．

融点：約178℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.1gを0.05mol/L硫酸試液に溶かし，100mLとする．この液5mLに水を加えて100mLとした液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gを希酢酸7mLに溶かし，水を加えて20mLとするとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.020以下である．

（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)．

（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2mL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20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(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2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，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0.4gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加えて溶かし，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)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青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行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝34.14mg $C_{15}H_{23}N_3O_4S$

貯法　容器　密閉容器．

1 スルピリドカプセル

2 Sulpiride Capsules

3　本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する
4 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43)を含む．
5 **製法**　本品は「スルピリド」をとり，カプセル剤の製法により
6 製する．
7 **確認試験**　定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外
8 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
9 とき，波長289～293nmに吸収の極大を示す．
10 **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
11 き，適合する．
12　本品1個をとり，0.05mol/L硫酸試液30mLを加え，30分間
13 振り混ぜた後，1mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約1mgを
14 含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加えて正確にV
15 mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液
16 5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶
17 液とする．以下定量法を準用する．

18 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)
19 $=M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

20 M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

21 **溶出性**　別に規定する．
22 **定量法**　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量
23 を精密に量り，粉末とする．スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約
24 0.1gに対応する量を精密に量り，0.05mol/L硫酸試液70mL
25 を加えて30分間振り混ぜた後，0.05mol/L硫酸試液を加えて
26 正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次
27 のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，
28 試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾
29 燥し，その約50mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶
30 かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を
31 加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び
32 標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法
33 〈*2.24*〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及
34 びA_Sを測定する．

35 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)$=M_S \times A_T / A_S \times 2$

36 M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

37 **貯法**　容器　気密容器．

スルピリド錠

Sulpiride Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43)を含む．

製法 本品は「スルピリド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長289～293nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05mol/L硫酸試液30mLを加え，30分間振り混ぜた後，1mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約1mgを含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠の30分間の溶出率は80%以上であり，100mg錠及び200mg錠の45分間の溶出率はそれぞれ75%以上及び70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)
C：1錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.05mol/L硫酸試液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.05mol/L硫酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mL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につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長291nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

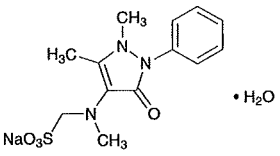
M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器．

スルピリン水和物

Sulpyrine Hydrate

スルピリン



$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35

Monosodium[(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-pyrazol-4-yl)(methyl)amino]methanesulfonate monohydrate

[*5907-38-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，スルピリン($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$：333.34)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，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溶けない．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→15)3mLに希硫酸2滴及びサラシ粉試液1mLを加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2）　本品の水溶液(1→25)5mLに希塩酸3mLを加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

（3）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，中性である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20gを0.05mol/L塩酸に溶かして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0.50mLに0.05mol/L塩酸を加えて50mLとする(0.120%以下)．

（3）　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)．

（4）　メルブリン　本品0.10gに水2mL及び希硫酸1mLを加え，漏斗で覆い，穏やかに15分間煮沸する．冷後，酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→2)2mL及び水を加えて5mLとし，ベンズアルデヒド飽和溶液5mLを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，液は澄明である．

（5）　クロロホルム可溶物　本品1.0gにクロロホルム10mLを加え，30分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．沈殿は更にクロロホルム5mLずつで2回洗う．ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で4時間乾燥するとき，その量は5.0mg以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1g，105℃，4時間)．

定量法　本品約0.25gを精密に量り，10℃以下に冷却した薄めた塩酸(1→20)100mLを加えて溶かし，5～10℃に保ちながら直ちに0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は0.05mol/Lヨウ素液を滴加後，1分間強く振り混ぜても脱色しない青色を呈するときとする(指示薬：デンプン試液1mL)．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝16.67mg $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

1 スルピリン注射液

2 Sulpyrine 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　スルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35)を含む．

6 **製法**　本品は「スルピリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

8 **性状**　本品は無色～微黄色澄明の液である．

9　　pH：5.0～8.5

10 **確認試験**

11　（1）　本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2gに対応する容量をとり，水を加えて3mLとする．この液に希硫酸2滴及びサラシ粉試液1mLを加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

15　（2）　本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2gに対応する容量をとり，水を加えて5mLとする．この液に希塩酸3mLを加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

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，適合する．

24 **定量法**　本品2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液のスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$)約50mgに対応する容量$V$ mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリン(別途「スルピリン水和物」と同様の条件で乾燥減量 *〈2.41〉* を測定しておく)約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mL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2mLずつを正確に量り，それぞれを25mLのメスフラスコに入れ，エタノール(95)5mL，4－ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→250)2mL及び酢酸(100)2mLずつを加え，よく振り混ぜて15分間放置した後，水を加えて25mLとする．これらの液につき，水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 *〈2.24〉* により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長510nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

42　本品1mL中のスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$)の量(mg)

44　　$= M_S \times A_T / A_S \times 50 / V \times 1.054$

45　　M_S：乾燥物に換算した定量用スルピリンの秤取量(mg)

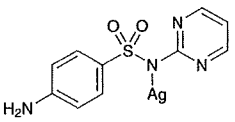
46 **貯法**

47　保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

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．

スルファジアジン銀

Sulfadiazine Silver



$C_{10}H_9AgN_4O_2S$：357.14

Monosilver 4-amino-*N*-(pyrimidin-2-yl)benzenesulfonamidate

[*22199-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$)99.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，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．

本品はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約275℃(分解)．

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照スペクトル又は乾燥したスルファジアジン銀標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　硝酸塩　本品1.0gを水250mLに加え，50分間振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウム0.25gを精密に量り，水に溶かし，正確に2000mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2.0mLずつを正確に量り，クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物の硫酸溶液(1→10000)5mL及び硫酸を加えて正確に10mLとする．別に水2.0mLを正確に量り，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*〉により試験を行い，波長408nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない(0.05%以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgをエタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)5mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)を加えて正確に20mL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(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／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：5：2)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，標準溶液から得た主スポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　41～45%(1g)．

銀含量　本品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，硝酸2mLに溶かし，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，試料溶液とする．別に原子吸光光度用銀標準液適量を正確に量り，水を加えて1mL中に銀(Ag：107.87)1.0～2.0μgを含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて銀含量を定量するとき，28.7～30.8%である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銀中空陰極ランプ

波長：328.1nm

定量法　本品及びスルファジアジン銀標準品を乾燥し，その約0.1gずつを精密に量り，アンモニア試液に溶かし，正確に100mLとする．これらの液1mLずつを正確に量り，水を加えて正確に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につき，アンモニア試液1mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長255nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：スルファジアジン銀標準品の秤取量(mg)

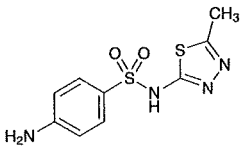
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルファメチゾール

Sulfamethizole



$C_9H_{10}N_4O_2S_2$：270.33

4-Amino-*N*-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)benzenesulfonamide

[*144-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメチゾール($C_9H_{10}N_4O_2S_2$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

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数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　208～211℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gに水酸化ナトリウム試液3mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加温した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mL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50mLとする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mL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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(20：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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0.4gを精密に量り，塩酸5mL及び水50mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜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〈*2.50*〉する．

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝27.03mg $C_9H_{10}N_4O_2S_2$

貯法

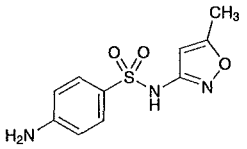
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルファメトキサゾール

Sulfamethoxazole

スルフイソメゾール



$C_{10}H_{11}N_3O_3S$：253.28

4-Amino-*N*-(5-methylisoxazol-3-yl)benzenesulfonamide

[*723-46-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$)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，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は*N,N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

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数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　169～172℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液5mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加熱した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.20gをアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)を加えて正確に10mLとする．この液1mLを正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)を加えて正確に20mL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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトニトリル／薄めたアンモニア水(28)(7→100)混液(10：8：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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0.4gを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミド30mLに溶かし，水10mLを加えた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールフタレイン試液0.5mL)．別に*N,N*−ジメチルホルムアミド30mLに水26mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝25.33mg $C_{10}H_{11}N_3O_3S$

貯法

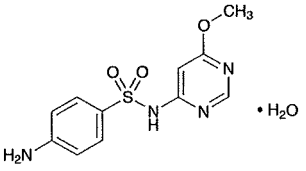
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルファモノメトキシン水和物

Sulfamonomethoxine Hydrate

スルファモノメトキシン



$C_{11}H_{12}N_4O_3S \cdot H_2O$: 298.32

4-Amino-*N*-(6-methoxypyrimidin-4-yl)benzenesulfonamide Monohydrate

[*1220-83-3*, 無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファモノメトキシン($C_{11}H_{12}N_4O_3S$: 280.30)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶，粒又は粉末で，においはない．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

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

融点〈*2.60*〉　204～206℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液5mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，加熱するとき，白濁を生じない．冷後，更にアセトン5mLを加えるとき，液は澄明である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.02gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)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5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(4：1)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，標準溶液から得られた主スポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.5～6.5%(1g，105℃，4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，塩酸5mL及び水50mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1mol/L亜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〈*2.50*〉する．

0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL＝28.03mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

貯法

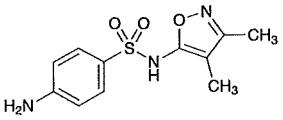
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルフイソキサゾール

Sulfisoxazole

スルファフラゾール



$C_{11}H_{13}N_3O_3S$：267.30

4-Amino-*N*-(3,4-dimethylisoxazol-5-yl)benzenesulfonamide

[*127-69-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフイソキサゾール($C_{11}H_{13}N_3O_3S$)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，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はピリジン又は*n*－ブチルアミンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品0.02gに水5mL及び*n*－ブチルアミン1mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2～3滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は青緑色を呈する．

（3）　本品0.01gをピリジン1mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜる．更に水3mL及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡黄褐色を呈する．

（4）　本品0.5gに酢酸(100)2mLを加え，還流冷却器を付けて加熱して溶かし，無水酢酸1mLを加えて10分間煮沸する．これに水10mLを加えて冷却した後，更に水酸化ナトリウム溶液(3→10)約7mLを加えてアルカリ性とし，必要ならばろ過する．この液に直ちに酢酸(100)を滴加して酸性とし，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は208～210℃である．

融点〈*2.60*〉　192～196℃(分解)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液5mL及び水20mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加熱した後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，105℃，4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1gを精密に量り，メタノール50mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.2mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．別にメタノール50mLに水18mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝53.46mg $C_{11}H_{13}N_3O_3S$

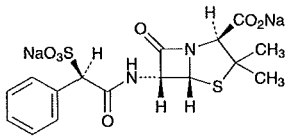
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルベニシリンナトリウム

Sulbenicillin Sodium



$C_{16}H_{16}N_2Na_2O_7S_2$：458.42

Disodium(2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*28002-18-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スルベニシリン($C_{16}H_{18}N_2O_7S_2$：414.45)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルベニシリン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．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋167～＋182°(脱水物に換算したもの1g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品2.5gを水5mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（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0.10gを移動相15mL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*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，スルベニシリンの二つのピーク以外のピークの量は2.0%以下である．また，スルベニシリンの二つのピーク以外のピークの合計は5.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム10gを水750mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液でpH6.0±0.1に調整し，水を加えて1000mLとする．この液940mLにアセトニトリル60mLを加える．

流量：スルベニシリンの二つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が18分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からスルベニシリンの二つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間の1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に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とした液10μLから得たスルベニシリンの二つのピークの合計面積が，システム適合性試験用溶液から得たスルベニシリンの二つのピークの合計面積の7～13%であることを確認する．

システムの性能：試料溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルベニシリンの二つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルベニシリンの2つのピークの和の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.4～6.6とする．

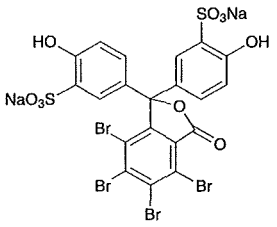
（iii）　標準溶液　スルベニシリンナトリウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は凍結して保存し，四日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に40μg(力価)及び10μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約50mg(力価)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50mL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40μg(力価)及び10μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

スルホブロモフタレインナトリウム

Sulfobromophthalein Sodium



$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00

Disodium 5,5′-(4,5,6,7-tetrabromo-3-oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1,1-diyl)bis(2-hydroxybenzenesulfonate)

[*71-67-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)96.0～104.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.02gを水10mLに溶かし，炭酸ナトリウム試液1mLを加えるとき，液は青紫色を呈し，これに希塩酸1mLを加えるとき，液の色は消える．

（2）　本品0.2gを磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム0.5gを加えてよくかき混ぜた後，強熱して炭化し，冷後，残留物に熱湯15mLを加え，水浴上で5分間加熱した後，ろ過する．ろ液に塩酸を加え，わずかに酸性とした液は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.10mLを加える(0.002%以下)．

（3）　硫酸塩　本品の水溶液(1→500)10mLに希塩酸5滴を加え，沸騰するまで加熱し，これに熱塩化バリウム試液1mLを加え，1分間後に観察するとき，液は澄明である．

（4）　カルシウム　本品約5gを精密に量り，磁製皿に入れ，弱く加熱して炭化した後，700～750℃に強熱して炭化する．冷後，希塩酸10mLを加え，水浴上で5分間加熱した後，内容物を50mLの水を用いてフラスコに移し，8mol/L水酸化カリウム試液5mL及びNN指示薬0.1gを加えた後，0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝0.4008mg Ca

カルシウム(Ca：40.08)の量は0.05%以下である．

（5）　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)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.65gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加え，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る．もし，炭化物が残るときは更に少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，希硫酸10mLを加えて白煙が発生するまで加熱し，冷後，残留物に水5mLを加える．これを検液とし，試験を行う(3.1ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　14～19%(乾燥後，0.5g，700～750℃)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200mLとする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長580nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)の量(mg)

$= A / 881 \times 200000$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

スルホブロモフタレインナトリウム注射液

Sulfobromophthalein Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するスルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00)を含む．

製法　本品は「スルホブロモフタレインナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：5.0～6.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.02gに対応する容量をとり，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.1gに対応する容量をとり，無水炭酸ナトリウム0.5gを加えて水浴上で蒸発乾固し，更に強熱して炭化し，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験(2)を準用する．

採取容量 〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質 〈4.04〉　本品の表示量に従い，生理食塩液を加えて0.5w/v%溶液とし，ウサギの体重1kgにつき，この液5mLを注射し，試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のスルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に500mLとする．以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の定量法を準用する．

スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)の量(mg)

$= A / 881 \times 200000$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

血清性性腺刺激ホルモン

Serum Gonadotrophin

本品は健康な妊馬の血清について適切なウイルス検査を行い，ウイルスを除去又は不活性化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は1mg中2000血清性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．

本品は定量するとき，表示単位の80～125%を含む．

性状　本品は白色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得たY_3及びY_4につき，次の式によってbを計算するとき，bは120以上である．

$$b=E/I$$

$$E=(Y_3-Y_4)/f$$

f: 1群の試験動物の数

$$I=\log(T_H/T_L)$$

純度試験　溶状　本品の表示単位に従い，1mL中9000単位を含むように生理食塩液を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉　8.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.1EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品に生理食塩液を加えて5mL中に4000単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約350gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使用し，1匹当たり試料溶液5.0mLずつを腹腔内に注射し，七日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり3000単位以上の血清性性腺刺激ホルモンを含む．

(i)　標準溶液　ウシ血清アルブミン約3mgを量り，水を加え，その1mL中に500μgを含むように溶かす．この液に水を加え，1mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に200μg，150μg，100μg及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

(ii)　試料溶液　本品約1mgを量り，水を加え，その1mL中に正確に180μgを含むように溶かし，試料溶液とする．

(iii)　炭酸ナトリウム溶液　炭酸ナトリウム(標準試薬)2gに0.1mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて100mLとする．

(iv)　酒石酸ナトリウム溶液　酒石酸ナトリウム二水和物約1gに水を加えて100mLとする．

(v)　硫酸銅溶液　硫酸銅(II)五水和物0.5gに(iv)液を加えて100mLとする．

(vi)　アルカリ性銅溶液　(iii)の炭酸ナトリウム溶液50mLと(v)の硫酸銅溶液1mLとを混合する．用時調製し，一日経過したら捨てる．

(vii)　操作法　各標準溶液及び試料溶液0.5mLを正確に量り，小型の試験管に入れる．(vi)のアルカリ性銅溶液を3mL加え，混合する．室温で10分以上放置した後，薄めたフォリン試液(1→2)を0.3mL加え，すばやく混合し，30分以上放置する．これらの液につき，水0.5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，すみやかに紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体1mL中の含量を計算する．

比活性(単位／たん白質mg)
＝{(定量法で得られた本品1mg中の単位)／(本品中のたん白質含有率)} × 100

定量法

(i)　試験動物　体重約45gの健康な雌シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液0.5mL中に，10，20，40及び80単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物の4群に，次の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の1群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約3倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし，その用量の1.5～2.0倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(iv)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びD群の4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lの0.5mLを1回のみ皮下注射し，第六日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

(v)　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mg中の単位数
＝antilog$M$ × S_H1mL中の単位数 × b/a

$$M=IY_a/Y_b$$

$$I=\log(S_H/S_L)=\log(T_H/T_L)$$

$$Y_a=-Y_1-Y_2+Y_3+Y_4$$

$$Y_b=Y_1-Y_2+Y_3-Y_4$$

a: 本品の秤取量(mg)

b: 本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F'=(Y_1-Y_2-Y_3+Y_4)^2/(4fs^2)$$

f: 各群の試験動物の数

$s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

$n=4(f-1)$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

注射用血清性性腺刺激ホルモン

Serum Gonadotrophin for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された血清性性腺刺激ホルモン単位の80～125%を含む．

製法　本品は「血清性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験　「血清性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

ｐＨ 〈*2.54*〉　本品0.03gを生理食塩液20mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

乾燥減量 〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.1EU/単位未満．

定量法　「血清性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率＝antilog M

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　密封容器．

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

Human Menopausal Gonadotrophin

本品は健康な閉経後の婦人の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので，卵胞刺激ホルモン作用と黄体形成ホルモン(間質細胞刺激ホルモン)作用を有する．

本品は1mg中40卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすい．

純度試験　黄体形成ホルモン　定量法及び次の方法により試験を行うとき，黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は1以下である．黄体形成ホルモンの測定法には精のう重量法と卵巣アスコルビン酸減少法がある．黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率が1以下，0.10以上の場合，精のう重量法を用いることができる．

(1)　精のう重量法

(i)　試験動物　体重約45～65gの健康な雄シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，pH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液1.0mL中に10，20及び40黄体形成ホルモン単位を含む3種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物に(iv)の操作法に従って注射し，精のうの質量を測定する．試験の結果に基づき精のうの質量が20～35mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液S_Hとする．この高用量標準溶液にpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて1.5～2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液とほぼ等しい作用を示すようにpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし高用量試料溶液T_Hとする．この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液T_Lとする．

調製した標準溶液及び試料溶液は2～8℃に保存する．

(iv)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを1日1回0.2mLずつ5日間皮下注射し，第6日に精のうを摘出し，付着する外液と不要組織を分離し，ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し，精のうの質量を量る．

(v)　計算法　定量法の(v)を準用する．ただし，卵巣質量を精のう質量に読み替える．

(2)　卵巣アスコルビン酸減少法

(i)　試験動物　体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液1.0mL中に，2，4，8及び16黄体形成ホルモン単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を，5匹を1群とする試験動物の4群に，次の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣アスコルビン酸量を測定する．別の1群にpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を注射し，対照とする．試験結果に基づき，卵巣アスコルビン酸量が対照の0.80～0.85倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし，その用量の4～6倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等用量中に含むようにpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，それぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(iv)　操作法　試験動物に対して血清性性腺刺激ホルモンの80単位を生理食塩液0.5mLに溶かした液を1匹当たり80単位皮下注射する．56～72時間後にヒト絨毛性性腺刺激ホルモンの40単位を生理食塩液0.5mLに溶かした液を1匹当たり40単位皮下注射する．最後の注射から6～9日に試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを各々1mLずつ尾静脈より注射する．注射後2～4時間後に左右卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し秤量した後，5～15mLのメタリン酸溶液(1→40)を一定量加え，ホモジナイザーを用いて氷冷下でホモジナイズし遠心分離する．上清0.5～1mL(1mLを原則とし、吸光度が0.1以下の場合には上清を半量の0.5mLとする)に，メタリン酸溶液(1→40)1.5mL，2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液2.5mLをそれぞれ加えて混和し，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により直ちに試験を行い，波長520nmにおける吸光度を測定する．別にアスコルビン酸標準品10.0mgを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，メタリン酸溶液(1→40)を加えて1mL中にアスコルビン酸($C_6H_8O_6$：176.12)2.0～10.0μgを含む液となるように薄める．この液2.5mLに2,6－ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液2.5mLを加えて混和し同様に吸光度を測定し検量線を作成する．このアスコルビン酸の検量線から卵巣100g中のアスコルビン酸量(mg)を求める．

(v)　計算法　定量法の(v)を準用する．ただし，卵巣質量をアスコルビン酸量に読み替える．

エンドトキシン〈4.01〉　本品をエンドトキシン試験用水1mL当たり75卵胞刺激ホルモン単位を溶かし，試験を行うとき，エンドトキシンとして1卵胞刺激ホルモン単位当たり0.66EU未満である．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり50卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

(i)　試料溶液　本品約10mgを精密に量り，水を加え，その1mL中に正確に200μgを含むように溶かし，試料溶液とする．

(ii)　標準溶液　ウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液に水を加え，1mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

(iii)　操作法　内径約18mm，長さ約130mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5mL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〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃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をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定量法

(i)　試験動物　体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，1.0mL中に0.75，1.5及び3.0卵胞刺激ホルモン単位を含む3種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物に，(iv)の操作法に従って注射し，卵巣の質量を測定する．試験の結果に基づき卵巣の質量がほぼ120～160mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液S_Hとする．この高用量標準溶液にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて1.5～2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(iv)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを第1日の午後1回，第2日の午前，正午及び午後の3回，第3日の午前及び午後の2回にわたって1回0.2mLずつ皮下注射する．第5日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他不要組織を分離し，ろ紙で付着する水を軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

(v)　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mg中の単位数

$=\mathrm{antilog}\,M\times(S_H 1\mathrm{mL}$中の単位数$)\times b/a$

$M=IY_a/Y_b$

$I=\log(S_H/S_L)=\log(T_H/T_L)$

$Y_a=-Y_1-Y_2+Y_3+Y_4$

$Y_b=Y_1-Y_2+Y_3-Y_4$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$F'=(Y_1-Y_2-Y_3+Y_4)^2/(4fs^2)$

f：各群の試験動物の数

$s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

$n=4(f-1)$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin

胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は健康な妊婦の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は1mg当たり2500ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．また，たん白質1mg当たり3000単位以上の絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

本品は定量するとき，表示単位の80～125%を含む．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得たY_3及びY_4につき，次の式によってbを計算するとき，bは120以下である．

$b=E/I$

$E=(Y_3-Y_4)/f$

f: 1群の試験動物の数

$I=\log(T_H/T_L)$

純度試験

（1）　溶状　本品0.05gを生理食塩液5mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　卵胞ホルモン　去勢後少なくとも2週間以上経た雌のシロネズミ又はシロハツカネズミ3匹に，表示単位に従い100単位に対応する量を精密に量り，生理食塩液0.5mLに溶かし，皮下注射する．注射後，第3日，第4日及び第5日の3日間，一日二回ずつ膣分泌物をとり，スライドガラスに薄く塗付して乾燥した後，ギムザ試液で染色し，水で洗い，乾燥して鏡検〈5.01〉するとき，発情像を認めない．

乾燥減量〈2.41〉　5.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.03EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1mL中に120単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約350gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使用し，1匹当たり試料溶液5.0mLずつを腹腔内に注射し，7日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり3000単位以上のヒト絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

（i）　試料溶液　本品の表示量に従い，適量に水を加え，1mL中にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン約500単位を含むように調製する．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20mLとする．この液に水を加え，1mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50μg含む4種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約18mm，長さ約130mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5mL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〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃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をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定量法

（i）　試験動物　体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液2.5mL中に，7.5，15，30及び60単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物の4群に，(iv)の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の1群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約2.5倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準品の濃度とし，その用量の1.5～2.0倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

（iii）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

（iv）　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びD群の4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを一日一回0.5mLずつ5日間皮下注射し，第6日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（v）　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．更に各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1mg中の単位数

＝antilog $M\times$ S_H1mL中の単位数 $\times$ b/a

$M=IY_a/Y_b$

$I=\log(S_H/S_L)=\log(T_H/T_L)$

$Y_a=-Y_1-Y_2+Y_3+Y_4$

$Y_b=Y_1-Y_2+Y_3-Y_4$

a: 本品の秤取量(mg)

b: 本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$F'=(Y_1-Y_2-Y_3+Y_4)^2/(4fs^2)$

f: 各群の試験動物の数

$s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

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

$n=4(f-1)$

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

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

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin for Injection

注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

　本品は用時溶解して用いる注射剤である．

　本品は定量するとき，表示されたヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位の80～125%を含む．

製法　本品は「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

ｐＨ 〈*2.54*〉　生理食塩液1mL中に本品2mgを含むように調製した液のpHは5.0～7.0である．

乾燥減量 〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.03EU/単位未満．

製剤均一性 〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，*M*を表示量とせず，平均含量として判定値を計算する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

　表示単位に対する定量された単位の比率＝antilog *M*

貯法

　保存条件　遮光して，冷所に保存する．

　容器　密封容器．

生理食塩液

Isotonic Sodium Chloride Solution

0.9%塩化ナトリウム注射液

等張塩化ナトリウム注射液

等張食塩液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩化ナトリウム(NaCl：58.44)0.85～0.95w/v%を含む．

製法

塩化ナトリウム	9g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性状　本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

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*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　4.5～8.0

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品100mLを水浴上で濃縮して約40mLとし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(0.3ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品20mLをとり，これを検液とし，試験を行う(0.1ppm以下)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mL未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品20mLを正確に量り，水30mLを加え，強く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴)．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

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

1 石油ベンジン

2 Petroleum Benzin

3　　本品は石油から得た低沸点の炭化水素類の混合物である．

4 **性状**　本品は無色澄明の揮発性の液で，蛍光がなく，特異なに
5 おいがある．

6　　本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する．

7　　本品は水にほとんど溶けない．

8　　本品は極めて引火しやすい．

9　　比重　d_{20}^{20}：0.65～0.71

10 **純度試験**

11　（1）　酸　本品10mLに水5mLを加え，2分間激しく振り混
12　ぜて放置する．分離した水層は潤した青色リトマス紙を赤変
13　しない．

14　（2）　イオウ化合物又は還元性物質　本品10mLにアンモニ
15　ア・エタノール試液2.5mL及び硝酸銀試液2～3滴を加え，
16　光を避け，約50℃で5分間加温するとき，液は褐色を呈しな
17　い．

18　（3）　油脂又はイオウ化合物　加温ガラス板上に無臭のろ紙
19　を置き，これに本品10mLを少量ずつ滴下し，揮散させると
20　き，しみを残さず，また，異臭を発しない．

21　（4）　ベンゼン　本品5滴に硫酸2mL及び硝酸0.5mLを加え，
22　約10分間加温した後，30分間放置し，次に磁製皿に移し，
23　水で薄めるとき，ニトロベンゼンのにおいを発しない．

24　（5）　蒸発残留物　本品140mLを水浴上で蒸発乾固し，残
25　留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は1mg
26　以下である．

27　（6）　硫酸呈色物　本品5mLをネスラー管にとり，硫酸呈
28　色物用硫酸5mLを加え，5分間激しく振り混ぜて放置すると
29　き，硫酸層の色は色の比較液Aより濃くない．

30 **蒸留試験** 〈2.57〉　50～80℃，90vol%以上．

31 **貯法**

32　保存条件　火気を避け，30℃以下で保存する．

33　容器　気密容器．

1 セタノール

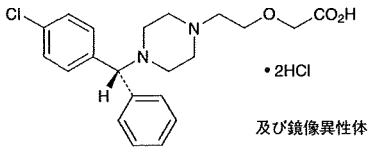
2 Cetanol

3 本品は固形アルコールの混合物で，主としてセタノール
4 ($C_{16}H_{34}O$：242.44)からなる．
5 **性状** 本品は白色の薄片状，粒状又は塊状のろうよう物質で，
6 わずかに特異なにおいがあり，味はない．
7 本品はピリジンに極めて溶けやすく，エタノール(95)，エ
8 タノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，無水酢
9 酸に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．
10 **融点** 〈*1.13*〉 47～53℃ ただし，試料を調製した後，毛細管
11 を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管
12 の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約
13 17mm，高さ約170mmの試験管に挿入し，温度計の下端と
14 試験管の底との間が約25mmになるようにコルク栓を用いて
15 温度計を固定する．この試験管を水に入れたビーカー中につ
16 るし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点よ
17 り5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加
18 熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったとき
19 の温度を融点とする．
20 **酸価** 〈*1.13*〉 1.0以下．
21 **エステル価** 〈*1.13*〉 2.0以下．
22 **水酸基価** 〈*1.13*〉 210～232
23 **ヨウ素価** 〈*1.13*〉 2.0以下．
24 **純度試験**
25 （1） 溶状 本品3.0gをエタノール(99.5)25mLに加温して
26 溶かすとき，液は澄明である．
27 （2） アルカリ (1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を
28 加えるとき，液は赤色を呈しない．
29 **強熱残分** 〈*2.44*〉 0.05%以下(2g)．
30 **貯法** 容器 密閉容器．

セチリジン塩酸塩

Cetirizine Hydrochloride

塩酸セチリジン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl：461.81

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-yl}ethoxy)acetic acid dihydrochloride

[*83881-52-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　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を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品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)．

（2）　類縁物質　本品0.10gを移動相50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液5mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセチリジン以外のピークの面積は，標準溶液のセチリジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセチリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセチリジンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.0mm，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シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／薄めた0.5mol/L硫酸試液(2→25)混液(47：3)

流量：セチリジンの保持時間が約9分になるよう調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセチリジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たセチリジンのピーク面積が，標準溶液のセチリジンのピーク面積の35～65%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液5mLに，アミノピリンの移動相溶液(1→2500)3mLを加えた後，移動相を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，アミノピリンの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セチリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，アセトン／水混液(7：3)70mL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)．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝15.39mg $C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl

貯法　容器　密閉容器．

セチリジン塩酸塩錠

Cetirizine Hydrochloride Tablets

塩酸セチリジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl：461.81)を含む．

製法　本品は「セチリジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セチリジン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液約70mLを加えて振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液4mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230～234nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)4 V/5 mLを加え，20分間超音波処理した後，1mL中にセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約0.2mgを含む液となるように，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確にV mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：定量用塩酸セチリジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→1000)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)40mLを加え，20分間超音波処理した後，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸セチリジンを60℃で3時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセチリジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/2$

M_S：定量用塩酸セチリジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4.0mm，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チルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→2900)／アセトニトリル混液(29：21)に0.5mol/L硫酸試液を加えてpH3.0に調整する．

流量：セチリジンの保持時間が約5分になるよう調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

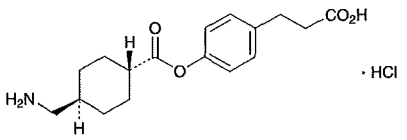
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセチリジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

セトラキサート塩酸塩

Cetraxate Hydrochloride

塩酸セトラキサート



$C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$: 341.83

3-{4-[*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexylcarbonyloxy]-phenyl}propanoic acid monohydrochloride

[*27724-96-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セトラキサート塩酸塩($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)98.5%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．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)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．

融点：約236℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2500)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0.5gを水／2－プロパノール混液(1：1)5mLに加温して溶かし，25℃以下に冷却し，析出した結晶をろ過する．得られた結晶を減圧下で4時間乾燥後，更に105℃で1時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品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)．

（2）　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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(2ppm以下)．

（3）　シス体　本品0.10gを水10mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に50mL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，試料溶液のセトラキサートに対する相対保持時間1.3～1.6のピークの面積は，標準溶液のセトラキサートのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.5mol/L酢酸アンモニウム試液混液(15：10：4)に酢酸(31)を加えてpH6.0に調整する．

流量：セトラキサートの保持時間が約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：本品0.02g及びフェノール0.01gを水100mLに溶かす．この液2mLをとり，水を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セトラキサート，フェノールの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セトラキサートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸　本品0.10gに内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて溶かして10mLとし，試料溶液とする．別に3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸25mgをメタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　カフェインのメタノール溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.5mol/L酢酸アンモニウム試液混液(15：5：2)に酢酸(31)を加えてpH5.5に調整する．

流量：3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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3－(*p*－ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（5）　類縁物質　本品0.10g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とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．

試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(20：4：3)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，90℃で10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．

乾燥減量 〈2.41〉　0.5%以下(0.5g，105℃，3時間)．

強熱残分 〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

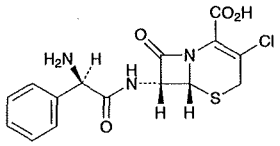
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，水100mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液でpH7.0～7.5に調整する．この液にホルムアルデヒド液10mLを加え，約5分間かき混ぜた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で約20分をかけて滴定 〈2.50〉 する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL
　＝34.18mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

セファクロル

Cefaclor



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-chloro-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*53994-73-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，*N,N*-ジメチルホルムアミド又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品40mgに核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸1滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 3.7ppm付近にAB型四重線のシグナルAを，δ 7.6ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ2：5である．

（4） 本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋105～＋120°(脱水物に換算したもの0.1g，水，25mL，100mm)．

純度試験

（1） 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)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，*N,N*-ジメチルホルムアミド10mLに懸濁して検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品50mgをpH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液10mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，pH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に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．必要ならばpH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液20μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．試料溶液のセファクロル以外のピーク面積は標準溶液のセファクロルのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のセファクロル以外のピーク面積の合計は標準溶液のセファクロルのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpHを4.0に調整し，移動相Aとする．

移動相B：移動相A 550mLに，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLを加えて，移動相Bとする．

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	95 → 75	5 → 25
30 ～ 45	75 → 0	25 → 100
45 ～ 55	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファクロルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH2.5のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の4～6%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積及び保持時間の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 6.5%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法 本品及びセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.4に調整する．この液940mLにアセトニトリル60mLを加える．

流量：セファクロルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファクロルカプセル

Cefaclor Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法 本品は「セファクロル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファクロル」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20mgを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)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及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セファクロル」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液40mLを加えて10分間振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2.5mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mL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〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.5%以下である．また，類縁物質の合計量は2.5%以下である．必要ならばpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

$$\text{個々の類縁物質の量(\%)} = M_S / M_T \times A_{Ti} / A_S \times M_M / C \times 25 / 2$$

$$\text{類縁物質の合計量(\%)} = M_S / M_T \times \Sigma A_{Tn} / A_S \times M_M / C \times 25 / 2$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の内容物の秤取量(mg)
M_M：1カプセル中の平均内容物質量(mg)
A_{Ti}：試料溶液のセファクロル及び溶媒由来のピーク以外の個々のピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

水分 〈2.48〉 8.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性 〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mL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．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

$$\text{セファクロル}(C_{15}H_{14}ClN_3O_4S)\text{の表示量に対する溶出率(\%)} = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

定量法 本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．「セファクロル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．この上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

$$\text{セファクロル}(C_{15}H_{14}ClN_3O_4S)\text{の量[mg(力価)]} = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

104　　M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

105　　内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の
106　　0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)
107　貯法
108　保存条件　遮光して保存する．
109　容器　気密容器．

セファクロル複合顆粒

Cefaclor Compound Granules

本品は1包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ90.0～110.0％に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法　本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験　本品の表示全力価に従い「セファクロル」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20mgを水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)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及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，10分間激しく振り混ぜた後，表示全力価に従い1mL中に「セファクロル」約5mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液10mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に25mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.6％以下である．また，類縁物質の合計量は2.8％以下である．必要ならばpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液50μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量(％)

$= M_S \times A_T / A_S \times V/4 \times \{1/(C \times T)\}$

類縁物質の合計量(％)

$= M_S \times \Sigma A_T / A_S \times V/4 \times \{1/(C \times T)\}$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

A_T：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積

ΣA_T：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外のピークの合計面積

A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積

C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

T：採取包数(包)

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5％になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0％以下である．

水分〈2.48〉　5.5％以下(0.3g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

(1)　全力価　本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い1mL中に「セファクロル」約3.8mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液3mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V/15$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

(2)　胃溶性顆粒の力価　本品1包をとり，その内容物の全量を取り出し，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて5分間緩やかに振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1mL中に「セファクロル」約1.5mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液7mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて

50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

溶出性 〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は35～45%である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

また，試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示全力価に従い1 mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように0.01mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとし，37℃で60分間加温する．この液2mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.01mol/L塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

定量法

(1)　全力価　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激しく振り混ぜ，正確に希釈し，表示全力価に従い1mL中に「セファクロル」約5mg(力価)を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

(2)　胃溶性顆粒の力価　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液約100mLを加えて5分間緩やかに振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1mL中に「セファクロル」約2mg(力価)を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファクロル細粒

Cefaclor Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法 本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「セファクロル」20mg(力価)に対応する量をとり，水10mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20mg(力価)を水10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)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及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セファクロル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液40mLを加えて10分間振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，類縁物質の量を求めるとき，試料溶液の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．また，類縁物質の合計は3.0%以下である．必要ならばpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液50μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

$$\text{個々の類縁物質の量(\%)} = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 5$$

$$\text{類縁物質の合計(\%)} = M_S / M_T \times \Sigma A_T / A_S \times 1 / C \times 5$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
A_T：試料溶液のセファクロル及び溶媒のピーク以外の各ピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1g中のセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

試験条件
「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．
システム適合性
検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8～1.3である．
システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉 1.5%以下(1g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性 〈6.02〉 分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性 〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従い「セファクロル」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セファクロル」約20μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20mL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．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長265nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

$$\text{セファクロル}(C_{15}H_{14}ClN_3O_4S)\text{の表示量に対する溶出率(\%)} = M_S / M_T \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

粒度 〈6.03〉 試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法 本品を必要ならば粉末とし，「セファクロル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．この上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50mg(力価)を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

$$\text{セファクロル}(C_{15}H_{14}ClN_3O_4S)\text{の量[mg(力価)]} = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

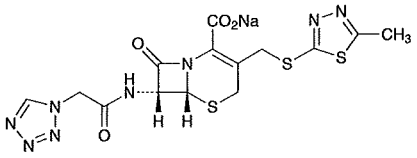
内標準溶液 4－アミノアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

2　セファクロル細粒

103　**貯法**
104　　保存条件　遮光して保存する.
105　　容器　気密容器.

セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$：476.49

Monosodium(6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*27164-46-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)としての量を質量(力価)で示す．

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．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7ppm付近及びδ 9.3ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－19～－23°(脱水物に換算したもの2.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.8～6.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.35以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10分以内に行う．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液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セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ1.5%以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：セファゾリン標準品約80mgをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，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，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセファゾリン標準品約0.1g(力価)に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セファゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27g及びクエン酸一水和物0.47gを水に溶かして935mLとし，この液にアセトニトリル65mLを加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

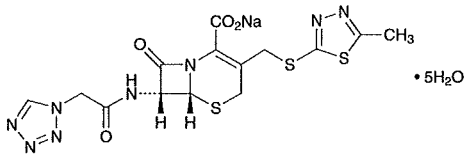
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液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セファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セファゾリンナトリウム水和物

Cefazolin Sodium Hydrate



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$：566.57

Monosodium(6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate

[*115850-11-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微帯黄白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，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溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.7ppm付近及びδ9.3ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(272nm)：272～292(脱水物に換算したもの80mg，水，5000mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－20～－25°(脱水物に換算したもの2.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.8～6.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.15以下である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は1.0%以下であり，セファゾリン及び上記のピーク以外のピーク面積は0.5%以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.0%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて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，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセファゾリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgを*p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)20mLに溶かした液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，*p*－アセトアニシジドの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　13.7～16.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.10EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセファゾリン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液20mLを正確に加えて溶かし，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セファゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に10μm

の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27g及びクエン酸一水和物0.47gを水に溶かして935mLとし，この液にアセトニトリル65mLを加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液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セファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

1 注射用セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)を含む．

製法　本品は「セファゾリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末又は塊である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長270～274nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する．

浸透圧比　別に規定する．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「セファゾリンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「セファゾリンナトリウム」1.0g(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.35以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10分以内に行う．

（2）　類縁物質　本品の表示量に従い「セファゾリンナトリウム」0.10g(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液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，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，セファゾリン以外のピークの面積は，1.5%以下である．また，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファゾリンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファゾリンナトリウム」の定量法のシステムの適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液8mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に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1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉　3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.05EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セファゾリンナトリウム」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセファゾリン標準品の約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「セファゾリンナトリウム」の定量法を準用する．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の秤取量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S$

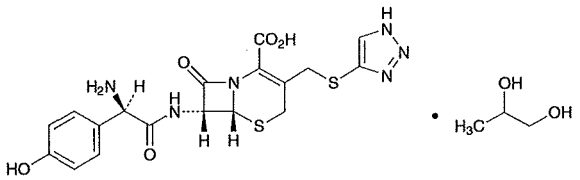
M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

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

セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate



$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$：538.60

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-8-oxo-3-[2-(1*H*-1,2,3-triazol-4-yl)sulfanylmethyl]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid monopropane-1,2-diolate(1/1)

[*51627-14-6*, セファトリジン]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり816～876μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水／核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液(3：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.2ppm付近に二重線のシグナルAを，δ 7.0ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 7.5ppm付近に二重線のシグナルCを，δ 8.3ppm付近に単一線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：2：2：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋52～＋58°(脱水物に換算したもの2.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　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)．

（2）　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)．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→25)を用いる．

（3）　類縁物質　本品25mgを水5mL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20mL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12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10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．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセファトリジンプロピレングリコール標準品約0.1g(力価)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500mL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*〉により試験を行い，それぞれの液のセファトリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタノール混液(17：3)

流量：セファトリジンの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品10mg(力価)及びセファドロキシル5mg(力価)を水50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate for Syrup

セファトリジンプロピレングリコールドライシロップ

シロップ用セファトリジン

本品は用時溶解して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～105.0%に対応するセファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50)を含む．

製法　本品は「セファトリジンプロピレングリコール」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」10mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かす．この液2mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長225～229nm及び266～271nmに吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」0.4g(力価)に対応する量をとり，水10mLに懸濁した液のpHは4.0～6.0である．

純度試験　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファトリジン以外のピークの面積は，標準溶液のセファトリジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファトリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファトリジンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファトリジンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たセファトリジンのピーク面積が，標準溶液のセファトリジンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

定量法　本品を粉末とし，「セファトリジンプロピレングリコール」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に500mLとし，試料溶液とする．別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法を準用する．

セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[mg(力価)]

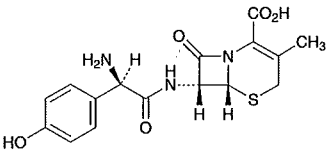
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

セファドロキシル

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*50370-12-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファドロキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファドロキシ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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水／核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液(3：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.1ppm付近に単一線のシグナルAを，δ7.0ppm付近に二重線のシグナルBを，δ7.5ppm付近に二重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋164～＋182°(脱水物に換算したもの0.6g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　**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)．

（2）　**類縁物質**　本品0.1gをエタノール(99.5)／水／薄めた塩酸(1→5)混液(75：22：3)4mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)／水／薄めた塩酸(1→5)混液(75：22：3)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2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／水／エタノール(99.5)／ギ酸混液(14：5：5：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10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．

水分〈*2.48*〉　4.2～6.0%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセファドロキシル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に500mL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*〉により試験を行い，それぞれの液のセファドロキシルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：262nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタノール混液(17：3)

流量：セファドロキシルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5mg(力価)及びセファトリジンプロピレングリコール10mg(力価)を水50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファドロキシルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セファドロキシルカプセル

Cefadroxil Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～105.0%に対応するセファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39)を含む．

製法 本品は「セファドロキシル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファドロキシル」10mg(力価)に対応する量をとり，水500mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

水分 〈2.48〉 7.0%以下(0.15g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水300mLを加えて，超音波処理して粒子を小さく分散させ，30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，1mL中に「セファドロキシル」約0.1mg(力価)を含む液となるように水を加え，正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2$$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性 〈6.10〉 試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セファドロキシル」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長263nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中の「セファドロキシル」の表示量[mg(力価)]

定量法 本品20個をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．「セファドロキシル」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水300mLを加えて30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に500mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法 容器 気密容器．

シロップ用セファドロキシル

Cefadroxil for Syrup

セファドロキシルドライシロップ

本品は用時懸濁して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～110.0%に対応するセファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39)を含む．

製法　本品は「セファドロキシル」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファドロキシル」10mg(力価)に対応する量をとり，水500mLに溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm及び261～265nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，試料は試験液に分散するように投入する)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従い「セファドロキシル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長263nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中の「セファドロキシル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を粉末とし，「セファドロキシル」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に500mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

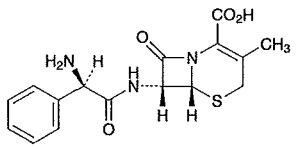
$$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

セファレキシン

Cefalexin



$C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*15686-71-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり950～1030μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

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．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)又は*N,N*－ジメチルホルムアミドにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→200)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 1.8ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 7.5ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：5である．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋144～＋158°(脱水物に換算したもの0.125g，水，25mL，100mm)．

純度試験

（1） 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)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド10mLに懸濁して検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品約25mgをリン酸二水素カリウム溶液(9→500)に溶かして5mLとし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)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*〉により試験を行う．必要ならばリン酸二水素カリウム溶液(9→500)20μLにつき同様に操作し，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)によるベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファレキシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積より大きくない．また，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1／50より大きいセファレキシン以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.0gを水1000mLに溶かし，トリエチルアミン15mLを加え，リン酸を加えてpH2.5に調整する．

移動相B：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.0gを水300mLに溶かし，トリエチルアミン15mLを加え，リン酸を加えてpH2.5に調整する．この液に，アセトニトリル350mL及びメタノール350mLを加える．

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 1	100	0
1 ～ 34.5	100 → 0	0 → 100
34.5 ～ 35.5	0	100

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファレキシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たセファレキシンのピーク面積が，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1.8～2.2%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ150000段以上，0.8～1.3である．

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3回繰り返すとき，セファレキシンの保持時間及びピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 8.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法 本品及びセファレキシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて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

を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→1500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.0に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セファレキシンカプセル

Cefalexin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法 本品は「セファレキシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファレキシン」70mg(力価)に対応する量をとり，水25mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉 10.0%以下(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，カプセルを開いてpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1mL中に「セファレキシン」約1.25mg(力価)を含む液となるように，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 m－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，125mg(力価)カプセルの30分間の溶出率は75%以上であり，250mg(力価)カプセルの60分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セファレキシン」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mL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につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

定量法 本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．「セファレキシン」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 m－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.0に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件

で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファレキシン

Cefalexin for Syrup

セファレキシンドライシロップ

本品は用時溶解又は懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファレキシン」3mg(力価)に対応する量をとり，水に溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.4g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1mL中に「セファレキシン」約1mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　m－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従い「セファレキシン」約0.25g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mL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につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1125$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セファレキシン」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液60mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　m－ヒドロキシアセトフェノンのpH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径3.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH3.0に調整する．この液800mLにメタノール200mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

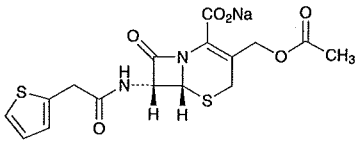
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファロチンナトリウム

Cefalotin Sodium



$C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$：418.42

Monosodium(6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(thiophen-2-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*58-71-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり920～980μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$：396.44)としての量を質量(力価)で示す．

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．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチン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．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 2.1ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 3.9ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを，δ 7.0ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋124～＋134°(5g，水，100mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～7.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.20以下である．

（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)．

（3） 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)．

（4） 類縁物質 定量法の標準溶液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．定量法の試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確に量り，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，試料溶液のセファロチン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとした液10μLから得たセファロチンのピーク面積が，標準溶液のセファロチンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液を，90℃の水浴中で10分間加熱後，冷却する．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約0.5のピークとセファロチンの分離度は9以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は1.8以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 1.0%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法 本品及びセファロチンナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25mL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*〉により試験を行い，それぞれの液のセファロチンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物17gを水790mLに溶かした液に，酢酸(100)0.6mLを加える．必要ならば，0.1mol/L水酸化ナトリウム試液又は酢酸(100)を加え，pH5.9±0.1に調整する．この液に，アセトニトリル150mL及びエタノール(95)70mLを加える．

流量：セファロチンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液を，90℃の水浴中で10分間加熱後，冷却する．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとした液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約0.5のピークとセファロチンの分離度は9以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は1.8以下である．

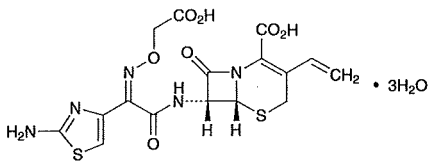
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

5 0788

セフィキシム水和物

Cefixime Hydrate



$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2 \cdot 3H_2O$：507.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(carboxymethoxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid trihydrate

[*125110-14-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，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．

確認試験

（1）　本品のpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフィキシム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品0.05gを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド／核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4：1)0.5mLに溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 4.7ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 6.5～7.4ppm付近に多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－75～－88°(脱水物に換算したもの0.45g，炭酸水素ナトリウム溶液(1→50)，50mL，100mm)．

純度試験　本品0.1gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mL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，セフィキシム以外のそれぞれのピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの量の合計は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフィキシムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフィキシムのピーク高さが，20～60mmになることを確認する．

システムの性能：セフィキシム標準品約2mgをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液200mLに溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　9.0～12.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びセフィキシム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に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*〉により試験を行い，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ125mmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液(10→13)25mLに水を加えて1000mLとし，この液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpHを6.5に調整する．この液300mLにアセトニトリル100mLを加える．

流量：セフィキシムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフィキシムカプセル

Cefixime Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～105.0%に対応するセフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45)を含む．

製法 本品は「セフィキシム」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフィキシム」70mg(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長286～290nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフィキシム」0.1g(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液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，セフィキシム以外のピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの合計量は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セフィキシム」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲は「セフィキシム」の純度試験の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に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，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たセフィキシムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の7～13%となることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉 12.0%以下(内容物0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，内容物及びカプセルにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液$7V/10$ mLを加えて30分間振り混ぜた後，1mL中に「セフィキシム」約1mg(力価)を含む液となるようにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム」の定量法を準用する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性 〈6.10〉 試験液にpH7.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，50mg(力価)カプセルの60分間の溶出率及び100mg(力価)カプセルの90分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セフィキシム」約56μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mL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，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中の「セフィキシム」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフィキシム」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末にする．「セフィキシム」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム」の定量法を準用する．

104　セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]
105　　$=M_S \times A_T / A_S \times 5$

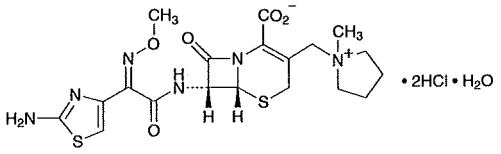
106　　M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

107　**貯法**　容器　気密容器.

セフェピム塩酸塩水和物

Cefepime Dihydrochloride Hydrate

塩酸セフェピム



$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$：571.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methylpyrrolidinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride monohydrate

[*123171-59-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり835～886μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，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溶けない．

確認試験

（1）　本品0.02gを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)1mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加え，5分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品の水溶液(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セフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品につき，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セフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.1ppm付近及びδ 7.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（5）　本品15mgを水5mLに溶かし，硝酸銀試液2滴を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(259nm)：310～340(脱水物に換算したもの50mg，水，1000mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39～＋47°(脱水物に換算したもの60mg，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは1.6～2.1である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをL－アルギニン溶液(3→50)5mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液Hより濃くない．

（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)．

（3）　*N*－メチルピロリジン　本品約80mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸(2→3125)に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，水30mLを100mLのメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに*N*－メチルピロリジン約0.125gを加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めた硝酸(2→3125)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100μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の*N*－メチルピロリジンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定し，次式により本品1mg(力価)当たりの*N*－メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，0.5%以下である．ただし，試料溶液は調製後，20分以内に試験を行う．

N－メチルピロリジンの量(%)

$$=(M_S \times f)/M_T \times A_T/A_S \times 1/250$$

M_S：*N*－メチルピロリジンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

f：*N*－メチルピロリジンの純度(%)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径4.6mm，長さ5cmのプラスチック管に，1g当たり約0.3meqの交換容量を持つスルホン酸基を導入した5μmの液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(2→3125)990mLにアセトニトリル10mLを加える．

流量：毎分1.0mL

システム適合性

システムの性能：塩化ナトリウム溶液(3→1000)20mLに*N*－メチルピロリジン0.125gを加え，水を加えて100mLとする．この液4mLを量り，薄めた硝酸(2→3125)を加えて100mLとする．この液100μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，*N*－メチルピロリジンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液100μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，*N*－メチルピロリジンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（4）　類縁物質　本品約0.1gを量り，移動相Aに溶かして50mLとし，試料溶液とする．試料溶液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セフェピム以外のピークの合計量を求めるとき，0.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相A：リン酸二水素アンモニウム0.57gを水1000mLに溶かす．
移動相B：アセトニトリル
移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 25	100 → 75	0 → 25

流量：セフェピムの保持時間が約9.5分になるように調整する．
面積測定範囲：セフェピムの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性
検出の確認：試料溶液1mLをとり，移動相Aを加えて10mL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をとり，移動相Aを加えて10mLとし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液1mLを正確に量り，移動相Aを加えて10mLとする．この液5μLから得たセフェピムのピーク面積が，検出確認用溶液5μLから得たピーク面積の7～13%になることを確認する．
システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は6000段以上である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉　3.0～4.5%(本品約50mgを精密に量り，水分測定用メタノール2mLを正確に加えて溶かす．この液0.5mLを正確に量り，試験を行う．電量滴定法)．

強熱残分 〈2.44〉　0.1%以下(1g)．

エンドトキシン 〈4.01〉　0.04EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセフェピム塩酸塩標準品約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に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〉により試験を行い，それぞれの液のセフェピムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液(261→100000)に酢酸(100)を加えてpH3.4に調整した後，水酸化カリウム溶液(13→20)を用いてpH4.0に調整する．この液950mLにアセトニトリル50mLを加える．
流量：セフェピムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は1500段以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

注射用セフェピム塩酸塩

Cefepime Dihydrochloride for Injection

注射用塩酸セフェピム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0～110.0%に対応するセフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56)を含む．

製法　本品は「セフェピム塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品40mgを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)1mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて5分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→12500)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長233～237nm及び255～259nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」0.5g(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」0.5g(力価)に対応する量をとり，水5mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明で，その液の色は色の比較液Ⅰより濃くない．

（2）　*N*－メチルピロリジン　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約0.2g(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸(2→625)に溶かして正確に20mLとし，試料溶液とする．別に，水30mLを100mLのメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに*N*－メチルピロリジン約0.125gを加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，薄めた硝酸(2→3125)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100μL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*N*－メチルピロリジンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定し，次式により本品1mg(力価)当たりの*N*－メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，1.0%以下である．ただし，試料溶液は調製後，20分以内に試験を行う．

$$N\text{－メチルピロリジンの量(\%)} = (M_S \times f) / M_T \times A_T / A_S \times 1/125$$

M_S：*N*－メチルピロリジンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

f：*N*－メチルピロリジンの純度(%)

試験条件

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　4.0%以下(本品約50mgを精密に量り，水分測定用メタノール2mLを正確に加えて溶かす．この液0.5mLを正確に量り，試験を行う．電量滴定法)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.06EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフェピム塩酸塩標準品約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「セフェピム塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

$$\text{セフェピム}(C_{19}H_{24}N_6O_5S_2)\text{の量[μg(力価)]} = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

M_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

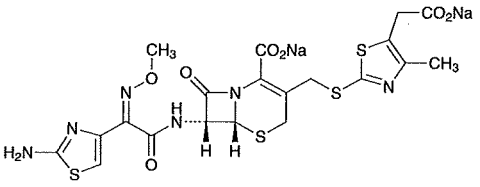
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

セフォジジムナトリウム

Cefodizime Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$：628.63

Disodium(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(5-carboxylatomethyl-4-methylthiazol-2-yl)sulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*86329-79-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物1mg当たり890μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$：584.67)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジム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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 2.3ppm付近，δ 4.0ppm付近及びδ 7.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－56～－62°(脱水及び脱エタノール物に換算したもの0.2g，水，20mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをるつぼに量り，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硫酸2mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．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2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品30mgを移動相10mL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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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，試料溶液のセフォジジム以外の各々のピークのピーク面積は，標準溶液のセフォジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフォジジム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフォジジムのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォジジムの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液5μLから得たセフォジジムのピーク面積が，標準溶液のセフォジジムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

（5）　エタノール　本品約1gを精密に量り，水に溶かし，正確に10mL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，試料溶液とする．別にガスクロマトグラフィー用エタノール約2gを精密に量り，水を加えて正確に1000mL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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μL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エタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを測定する．次式によりエタノールの量を求めるとき，2.0%以下である．

$$\text{エタノールの量}(\%) = M_S / M_T \times Q_T / Q_S$$

M_S：ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　1－プロパノール溶液(1→400)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3.2mm，長さ3mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを180～250μmのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーに15%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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タノールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉　4.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフォジジムナトリウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，水を加えて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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフォジジムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　無水カフェイン溶液(3→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム0.80g及び無水リン酸水素二ナトリウム0.20gを水に溶かし，アセトニトリル80mLを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：セフォジジムの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォジジム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

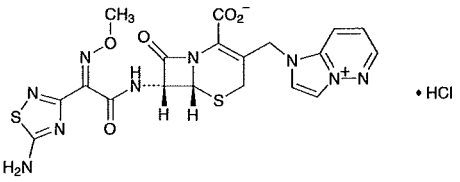
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride

塩酸セフォゾプラン



$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$・HCl：551.99

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(5-Amino-1,2,4-thiadiazol-3-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1*H*-imidazo[1,2-*b*]pyridazin-4-ium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate Monohydrochloride

[*113359-04-9*, セフォゾプラン]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり860～960μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシド又はホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(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ほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.02gを水10mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)1mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加え，5分間放置した後，1mol/L塩酸試液3mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品の塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフォゾプラン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.9ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 5.2ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 8.0ppm付近に四重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

（4）　本品0.01gをとり，水1mL及び酢酸(100)2mLを加えて溶かし，硝酸銀試液2滴を加えて振り混ぜるとき，液は白濁する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(238nm)：455～485(脱水物に換算したもの50mg，塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)，5000mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－73～－78°(脱水物に換算したもの0.1g，塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（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)．

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mL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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2,4－ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン0.366gをとり，水を加えて混和し，1000mLとする．この液にアセトニトリル60mL及び酢酸(100)5mLを加える．

流量：セフォゾプランの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォゾプラン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

注射用セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォゾプラン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～115.0%に対応するセフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53)を含む．

製法 本品は「セフォゾプラン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は，白色～淡黄色の粉末又は塊である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236～241nmに吸収の極大を示す．

（2） 本品50mgをとり，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド0.8mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.9ppm付近に単一線のシグナルA，δ 5.0ppm付近に二重線のシグナルB及びδ 8.0ppm付近に四重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

pH 〈2.54〉 本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは7.5～9.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」1g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液Nより濃くない．

（2） 類縁物質 別に規定する．

水分 〈2.48〉 2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

エンドトキシン 〈4.01〉 0.05EU/mg(力価)未満．

製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈6.06〉 第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈6.07〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

無菌 〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」約0.5g(力価)に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．別にセフォゾプラン塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，移動相を加えて25mLとし，標準溶液とする．以下「セフォゾプラン塩酸塩」の定量法を準用する．

セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 2,4－ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

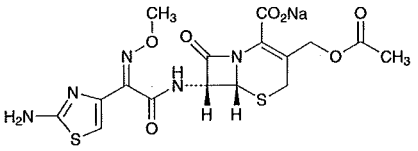
貯法

保存条件 遮光して保存する．

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

セフォタキシムナトリウム

Cefotaxime Sodium



$C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$：477.45

Monosodium(6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64485-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり916μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$：455.47)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品2mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 2.1ppm付近，δ 4.0ppm付近及びδ 7.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋58～＋64°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gを水40mLに溶かし，希塩酸2mL及び水を加えて50mLとし，よく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液25mLに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLをとり，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　定量法で得た試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフォタキシム以外のそれぞれのピークの量は1.0%以下であり，セフォタキシム以外のピークの合計は3.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B，移動相の送液，流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォタキシムの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に20mLとした液10μLから得たセフォタキシムのピーク面積が，標準溶液のセフォタキシムのピーク面積の0.15～0.25%になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法　本品及びセフォタキシム標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相Aに溶かし，正確に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*〉により試験を行い，それぞれの液のセフォタキシムのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフォタキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235nm)

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

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えてpH6.25に調整し，この液860mLにメタノール140mLを加える．

移動相B：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えてpH6.25に調整し，この液600mLにメタノール400mLを加える．

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 7	100	0
7 ～ 9	100 → 80	0 → 20
9 ～ 16	80	20
16 ～ 45	80 → 0	20 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：毎分約1.3mL　セフォタキシムの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1mLに水7.0mL及びメタノール2.0mLを加えて振り混ぜる．この液に炭酸ナトリウム十水和物25mgを加えて振り混ぜ，室温で10分間放置した後，酢酸(100)3滴及び標準溶液1mLを加えて振り混ぜる．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォタキシムに対する相対保持時間約0.3のデスアセチルセフォタキシム，セフォタキシムの順に溶出し，その分離度は20以上であり，セフォタキシムのピークのシンメトリー係数は2以下である．

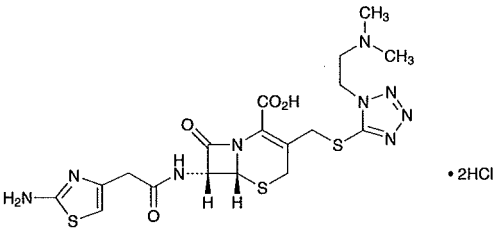
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォタキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride

塩酸セフォチアム



・2HCl

$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$・2HCl：598.55

(6*R*,7*R*)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrochloride

[*66309-69-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり810～890μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はホルムアミドに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 3.1ppm付近及びδ 6.7ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ6：1である．

（4）　本品0.1gをとり，希硝酸5mLに溶かし，直ちに硝酸銀試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋60～＋72°(脱水物に換算したもの1g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは1.2～1.7である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硫酸1mLを加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，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る．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸2mLを加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH3～4に調整し，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液として試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLをとり，検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　7.0%以下(0.25g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセフォチアム塩酸塩標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に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*〉により試験を行い，それぞれの液のセフォチアムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液800mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えてpHを7.7に調整する．この液440mLにアセトニトリル60mLを加える．

流量：セフォチアムの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：オルシン0.04gを標準溶液10mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

1 注射用セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォチアム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)を含む．

製法　本品は「セフォチアム塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257～261nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7～3.0ppm及びδ 6.5ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ6：1である．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは5.7～7.2である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，溶解10分後に紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長450nmにおける吸光度は0.20以下である．

乾燥減量〈2.41〉　6.0%以下(0.5g，減圧，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.125EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「セフォチアム塩酸塩」の定量法を準用する．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

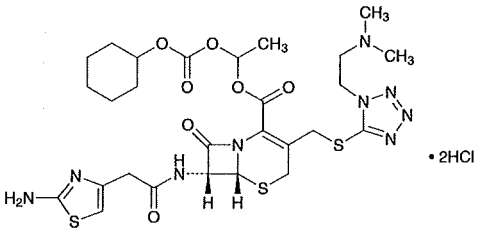
貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩

Cefotiam Hexetil Hydrochloride

塩酸セフォチアムヘキセチル

セフォチアムヘキセチル塩酸塩



$C_{27}H_{37}N_9O_7S_3 \cdot 2HCl$：768.76

(1*RS*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl(6*R*,7*R*)-7-[2-(2-aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride

[*95789-30-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり615～690μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)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，アセトニトリルに溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.8ppm付近及びδ6.6ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを，δ6.9ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ6：1：1である．

（3）　本品の水溶液(1→200)に希硝酸2mL及び硝酸銀試液1mLを加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋52～＋60°(脱水物に換算したもの0.1g，0.1mol/L塩酸試液，10mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(1ppm以下)．

（3）　類縁物質1　本品約50mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約50mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に50mL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．次式により類縁物質の量を求めるとき，試料溶液のセフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質は2.0%以下であり，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．ただし，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

類縁物質の量(%)＝$M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

A_S：標準溶液のセフォチアムヘキセチルの2つのピーク面積の合計

A_T：試料溶液の類縁物質のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72：28：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／酢酸(100)混液(60：40：1)

移動相の送液：移動相Aから移動相Bの混合比が，30分間で1：0から0：1に直線的に変化するように設定する．

流量：毎分0.7mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムヘキセチルの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たセフォチアムヘキセチルの2つのピークのそれぞれの面積が，標準溶液から得たそれぞれのピークの1.6～2.4%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で

操作するとき，セフォチアムヘキセチルの2つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムヘキセチルの2つのピークの面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4） 類縁物質2 本品約20mgを精密に量り，メタノール2mLに溶かした後，リン酸水素二アンモニウム溶液(79→20000)／酢酸(100)混液(200：3)を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mL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．次式により類縁物質の量を求めるとき，セフォチアムに対する相対保持時間約0.1及び約0.9の類縁物質は1.0%以下であり，セフォチアム及びセフォチアムに対する相対保持時間約0.1及び約0.9の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．ただし，セフォチアムに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.76を乗じた値とする．

類縁物質の量(%)$=M_S/M_T \times A_T/A_S \times 4$

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)
A_S：標準溶液のセフォチアムのピーク面積
A_T：試料溶液の個々のピーク面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(79→20000)／メタノール／酢酸(100)混液(200：10：3)
流量：セフォチアムの保持時間が約15分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性
検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得られたセフォチアムのピーク面積が標準溶液から得たセフォチアムのピーク面積の1.6～2.4%になることを確認する．
システムの性能：アセトアミノフェンの移動相溶液(1→50000)1mLに標準溶液3mLを加えてよく混和する．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は4以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5） 総類縁物質 類縁物質1及び類縁物質2で求めた類縁物質の量の合計は6.5%以下である．

水分 〈2.48〉 3.5%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

異性体比 定量法で得た試料溶液20μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間10分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$は0.45～0.55である．

定量法 本品及びセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)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20μL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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．ただし，保持時間約10分に近接して現れる2つのピーク面積の和をセフォチアムヘキセチルのピーク面積とする．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]
$=M_S \times Q_T/Q_S \times 1000$

M_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 安息香酸の薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)溶液(7→10000)

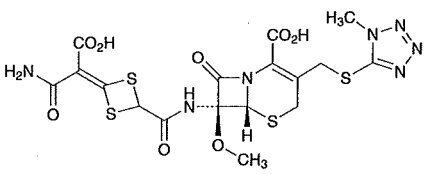
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72：28：1)
流量：セフォチアムヘキセチルの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォチアムヘキセチルの順に溶出し，セフォチアムヘキセチルの2つのピークの分離度は2.0以上である．
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，内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

セフォテタン

Cefotetan



$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$：575.62

(6*R*,7*R*)-7-{[4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-dithietane-2-carbonyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*69712-56-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり960～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタ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．

（3）　本品50mgを炭酸水素ナトリウムの核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25)0.5mLに溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ3.6ppm付近，δ4.0ppm付近，δ5.1ppm付近及びδ5.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：3：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋112～＋124°(脱水物に換算したもの0.5g，炭酸水素ナトリウム溶液(1→200)，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを炭酸水素ナトリウム溶液(1→30)10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品約0.1gを精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールをデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥し，その約3mg及び脱水物に換算したセフォテタン標準品約2mgをそれぞれ精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとし，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，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_{Ta}，セフォテタンに対する相対保持時間約0.5に溶出するセフォテタンラクトンのピーク面積の比Q_{Tb}，相対保持時間約1.2に溶出するΔ$_2$－セフォテタンのピーク面積の比Q_{Tc}，相対保持時間約1.3に溶出するイソチアゾール体のピーク面積の比Q_{Td}，その他の個々の類縁物質のピーク面積の比Q_{Te}及びその他の類縁物質のピーク面積の合計の比Q_{Tf}，標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びセフォテタンのピーク面積の比Q_{Sb}を求める．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールは0.3%以下，セフォテタンラクトンは0.3%以下，Δ$_2$－セフォテタンは0.5%以下，イソチアゾール体は0.5%以下，その他の個々の類縁物質は0.2%以下及びその他の類縁物質の合計は0.4%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量(%)
$= M_{Sa} / M_T \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/100$

セフォテタンラクトンの量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/100$

Δ$_2$－セフォテタンの量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tc} / Q_{Sb} \times 1/100$

イソチアゾール体の量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Td} / Q_{Sb} \times 1/100$

その他の個々の類縁物質の量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Te} / Q_{Sb} \times 1/100$

その他の類縁物質の合計(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tf} / Q_{Sb} \times 1/100$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

M_{Sb}：脱水物に換算したセフォテタン標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　無水カフェインのメタノール溶液(3→10000)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフォテタンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液15mL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5μLから得たセフォテタンのピーク面積が，標準溶液のセフォテタンのピーク面積の12～18%になることを確認する．

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セフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉 2.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

異性体比 本品10mgをメタノール20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，保持時間40分付近に近接して現れる2つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク(*l*体)及び保持時間の大きい方のピーク(*d*体)の面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により*l*体の量を求めるとき，35～45%である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／水／硫酸水素テトラブチルアンモニウムのアセトニトリル溶液(1→150)混液(9：9：2)．

流量：*l*体の保持時間が約40分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，*l*体，*d*体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液1mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*l*体のピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

定量法 本品及びセフォテタン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとする．この液15mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，pH6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液を加えて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セフォテタンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフォテタン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 無水カフェイン溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸 11.53gを水1000mLに溶かす．この液850mLにアセトニトリル50mL，酢酸(100)50mL及びメタノール50mLを加える．

流量：セフォテタンの保持時間が約17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5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォテタンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

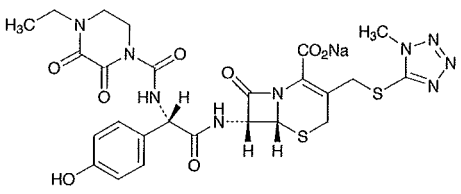
貯法

保存条件 遮光して，5℃以下で保存する．

容器 気密容器．

セフォペラゾンナトリウム

Cefoperazone Sodium



$C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$：667.65

Monosodium(6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*62893-20-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり871μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

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

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 1.2ppm付近に三重線のシグナルAを，δ 6.8付近及びδ 7.3ppm付近にそれぞれ一対の二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15～－25°(1g，水，100mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水4mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は微黄色澄明である．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4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0.1gを水100mL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．試料溶液及び標準溶液25μL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し，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の50倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，保持時間約8分の類縁物質Ⅰは5.0%以下であり，保持時間約17分の類縁物質Ⅱは1.5%以下である．また，類縁物質の合計量は7.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅡのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.90及び0.75を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，この液25μLから得たセフォペラゾンのピーク面積が，標準溶液の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にセフォペラゾン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液5mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの水／アセトニトリル混液(43：7)溶液(3→8000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100)57mL及びトリエチルアミン139mLをとり，水を加えて1000mLとする．この液20mLに水835mL，アセトニトリル140mL及び希酢酸5mLを加える．

流量：セフォペラゾンの保持時間が約10分になるよう

に調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォペラゾンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

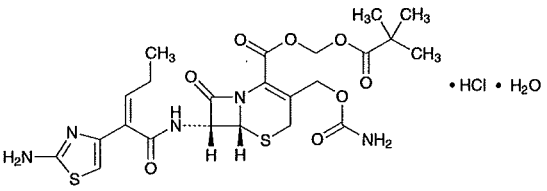
容器　密封容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate

塩酸セフカペン　ピボキシル

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物



$C_{23}H_{29}N_5O_8S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$：622.11

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl(6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)pent-2-enoylamino]-3-carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate

[*147816-24-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり722～764μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は*N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→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セフカペンピボキシル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフカペンピボキシル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール溶液(1→50)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 6.3ppm付近に三重線のシグナルAを，δ 6.7ppm付近に単一線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

（4）　本品10mgを水／メタノール混液(1：1)2mLに溶かし，硝酸銀試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋51～＋54°(脱水物に換算したもの0.1g，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　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)．

（2）　類縁物質Ⅰ　本品約10mg(力価)に対応する量をメタノール2mLに溶かし，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，試料溶液とする．試料溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1)30μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.5及び約1.7のピークはそれぞれ0.2%以下，その他の個々のピークは0.1%以下であり，ピークの合計は1.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

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

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素カリウム5.99gを水に溶かし，1100mLとする．この液に，臭化テトラ*n*-ペンチルアンモニウム1.89gをメタノールに溶かして1000mLとした液を加える．

移動相B：メタノール／水混液(22：3)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 20	98	2
20 ～ 40	98 → 50	2 → 50
40 ～ 50	50	50

流量：毎分0.8mL

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に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，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10mLとし，この液30μLから得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸プロピル10mgをメタノール25mLに溶かし，水を加えて50mLとする．この液5mLをとり，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液30μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（3）　類縁物質Ⅱ　本品約2mg(力価)に対応する量を液体クロマトグラフィー用*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶かして20mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μL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するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の1.7%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径7.8mm，長さ30cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：臭化リチウムの液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(13→5000)

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約22分になるように調整する．

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約1.8倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液3mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の20～40%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシルのピークの理論段数は12000段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

水分 〈2.48〉 2.8～3.7%(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法 本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え，更に，水／メタノール混液(1：1)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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

カラム：内径3.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56g及び1－デカンスルホン酸ナトリウム1.22gを水に溶かし，1000mLとする．この液700mLにアセトニトリル300mL及びメタノール100mLを加える．

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.2gをメタノール10mLに溶かし，60℃の水浴中で20分間加温する．冷後，この液1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，セフカペンピボキシルトランス体，内標準物質の順に溶出し，セフカペンピボキシルに対するセフカペンピボキシルトランス体及び内標準物質の相対保持時間は，それぞれ約1.7及び約2.0であり，また，セフカペンピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して，5℃以下で保存する．

容器 気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules

塩酸セフカペン　ピボキシル細粒

セフカペンピボキシル塩酸塩細粒

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)を含む．

製法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール40mLを加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50mLとする．この液4mLを量りメタノールを加えて50mLとした後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長264～268nmに吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1mLを加えて振り混ぜる．水／メタノール混液(1：1)25mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1)30μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.3のピークは0.4%以下，相対保持時間約1.5のセフカペンピボキシルトランス体のピークは1.1%以下，その他の個々のピークは0.3%以下であり，ピークの合計は2.8%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

（2）　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2mg(力価)に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液20μL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するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の4.0%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　1.4%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．試料は粉砕せず，採取は相対湿度30%以下で行う．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約0.2g(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)100mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別にセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフカペン ピボキシル塩酸塩錠

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Tablets

塩酸セフカペン ピボキシル錠

セフカペンピボキシル塩酸塩錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～105.0%に対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)を含む．

製法 本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノール40mLを加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50mLとする．この液4mLを量り，メタノールを加えて50mLとした後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長263～267nmに吸収の極大を示す．

純度試験

(1) 類縁物質Ⅰ 本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1mLを加えて振り混ぜる．水／メタノール混液(1：1)25mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液30μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1)30μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.3のピークは0.4%以下，相対保持時間約1.5のセフカペンピボキシルトランス体のピークは0.5%以下，その他の個々のピークは0.3%以下であり，ピークの合計は2.0%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

(2) 類縁物質Ⅱ 本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2mg(力価)に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液20μL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するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の3.3%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉 3.9%以下(0.5g，容量滴定法，逆滴定)．試料の粉砕及び秤取は相対湿度30%以下で行う．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5mLを加えて5分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール20mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，メタノール／水混液(4：1)を加えて正確に50mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液から，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約6mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液15mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて75mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 15 / V$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

溶出性 別に規定する．

定量法 本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約0.6g(力価)に対応する量をとり，水20mLを加えて5分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール80mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，メタノール／水混液(4：1)を加えて正確に200mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，内標準溶液15mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて75mLとし，試料溶液とする．別に，セフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 30$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

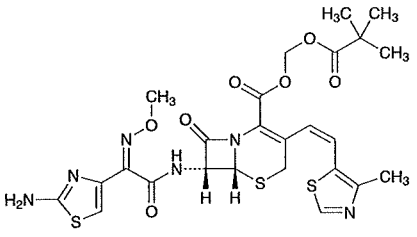
内標準溶液 *p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

貯法 容器 気密容器．

セフジトレン ピボキシル

Cefditoren Pivoxil

セフジトレンピボキシル



$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$：620.72

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(1*Z*)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*117467-28-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり770～820μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は淡黄白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品5mgを塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液3mLに溶かし，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品1mgをとり，希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液3滴を加えて振り混ぜ，2分間放置する．次に，アミド硫酸アンモニウム試液1mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，*N,N*－ジエチル－*N'*－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフジトレンピボキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→50)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.1ppm付近，δ2.4ppm付近及びδ4.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを，δ6.4ppm付近及びδ6.7ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルD及びEを，δ8.6ppm付近に単一線のシグナルFを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：D：E：Fはほぼ9：3：3：1：1：1である．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$(231nm)：340～360(50mg，メタノール，2500mL)．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－45～－52°(50mg，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2） 類縁物質 別に規定する．

（3） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈*2.48*〉 1.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 別に規定する．

定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びセフジトレンピボキシル標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル40mLに溶かし，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム1.58gを水900mLに溶かし，薄めたギ酸(1→250)を用いてpH6.0に調整した後，更に水を加えて1000mLとする．この液450mLにアセトニトリル275mL及びメタノール275mLを加える．

流量：セフジトレンピボキシルの保持時間が約15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10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフジトレンピボキシルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

1 セフジトレン　ピボキシル細粒

Cefditoren Pivoxil Fine Granules

セフジトレンピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)を含む．

製法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，アセトニトリル10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとする．この液1mLにアセトニトリルを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230～234nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　4.5%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4)70mLを加えて激しく振り混ぜる．この液に，内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて100mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，アセトニトリル20mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジトレン ピボキシル錠

Cefditoren Pivoxil Tablets

セフジトレンピボキシル錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)を含む．

製法 本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」35mg(力価)に対応する量をとり，メタノール100mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにメタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229～233nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 4.0%以下(0.5g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，崩壊試験第1液12.5mLを加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル25mLを加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約20mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(3→4)を加えて50mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20mg(力価)を精密に量り，アセトニトリル20mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 50 / V$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セフジトレンピボキシル」約11μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4)20mLに溶かした後，試験液を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長272nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1錠中のセフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量[mg(力価)]

定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.5g(力価)に対応する量をとり，崩壊試験第1液63mLを加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル125mLを加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(3→4)を加えて50mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20mg(力価)に対する量を精密に量り，アセトニトリル20mLに溶かした後，内標準溶液5mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$

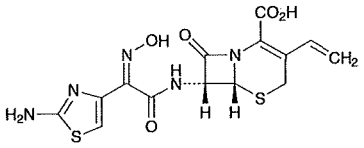
M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

貯法 容器 気密容器．

セフジニル

Cefdinir



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(hydroxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*91832-40-5*]

本品は定量するとき，1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，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．

本品はpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶ける．

確認試験

（1）　本品及びセフジニル標準品のpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフジニ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長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフジニル標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフジニ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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド／核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 5.0～6.1ppm及びδ 6.4～7.5ppmにそれぞれ多重線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ2：1である．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(287nm)：570～610(50mg，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，5000mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－58～－66°(0.25g，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，25mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　本品約0.1gをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かす．この液3mLを正確に量り，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に20mLとし，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するとき，面積百分率法でセフジニルのピークに対する相対保持時間1.5のE－異性体のピーク面積は0.8%以下であり，セフジニル以外のピークの合計面積は3.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000mLに0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4mLを加える．

移動相B：pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液500mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300mL及びメタノール200mLを加え，更に0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4mLを加える．

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

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～ 2	95	5
2～22	95 → 75	5 → 25
22～32	75 → 50	25 → 50
32～37	50	50
37～38	50 → 95	50 → 5
38～58	95	5

流量：毎分1.0mL．この条件でセフジニルの保持時間は約22分である．

面積測定範囲：試料溶液注入後40分間

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に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，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に10mLとし，この液10μLから得たセフジニルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：セフジニル標準品0.03g及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン2mgをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液3mLに溶かし，pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1，ピーク2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3，ピーク4の順に溶出し，セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3の相対保持時間は1.09以上で，セフジニ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7000段以上，3.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉 2.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法 本品及びセフジニル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，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5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000mLに0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4mLを加える．この液900mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル60mL及びメタノール40mLを加える．

流量：セフジニルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：セフジニル標準品2mg及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン5mgをとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1，ピーク2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3，ピーク4の順に溶出し，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク2とセフジニルの分離度が1.2以上で，セフジニ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2000段以上，1.5以下である．

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，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

セフジニルカプセル

Cefdinir Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41)を含む．

製法 本品は「セフジニル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフジニル」10mg(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，1分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液2mLにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nm及び285～289nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性 〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mgカプセルの30分間の溶出率は80%以上であり，100mgカプセルの45分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中に「セフジニル」約56μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mL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，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフジニ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2000段以上，2.0以下である．

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，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法 本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルを用いてよく洗浄し，室温に放置して付着したジエチルエーテルを揮散させた後，その質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の「セフジニル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法 容器 気密容器．

セフジニル細粒

Cefdinir Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41)を含む．

製法　本品は「セフジニル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セフジニル」10mg(力価)に対応する量をとり，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを加え，1分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液2mLにpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221～225nm及び285～289nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品の表示量に従い「セフジニル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフジニル標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50mLとする．この液4mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20mL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，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフジニ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2000段以上，2.0以下である．

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，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフジニル」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液70mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとする．この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times 5$$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

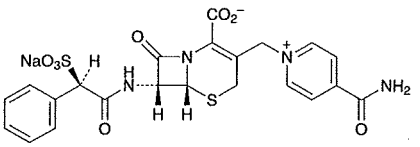
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフスロジンナトリウム

Cefsulodin Sodium



$C_{22}H_{19}N_4NaO_8S_2$：554.53

Monosodium(6*R*,7*R*)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-7-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*52152-93-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$：532.55)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジン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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 7.3～7.7ppmに多重線のシグナルAを，δ 8.4ppm付近及びδ 9.1ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ5：2：2である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16.5～＋20.0°(脱水物に換算したもの0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.3～4.8である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)10mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加え，注意して加熱した後，500～600℃で強熱し，灰化する．もし，この方法で炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸6mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10mLを加え，水浴上で加温して溶かす．次に，アンモニア試液を滴加し，pHを3～4に調整した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，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及び硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)10mLをとり，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硝酸2mLを加え，注意して加熱した後，500～600℃で強熱する．冷後，残留物に塩酸6mLを加え，以下検液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)．

（3）　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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)及び塩酸3mLの代わりに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)及び希塩酸15mLを用いる(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10gを精密に量り，水に溶かして正確に50mLとし，試料溶液とする．別にイソニコチン酸アミド約20mg及びセフスロジンナトリウム標準品約20mg(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)を精密に量り，水に溶かして正確に100mLとする．この液10mL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の面積を自動積分法により測定し，類縁物質の量を次式により求めるとき，イソニコチン酸アミドは1.0%以下，その他の類縁物質の合計は1.2%以下である．

$$\text{イソニコチン酸アミドの量(\%)} = A/B_I \times M_I/M_T \times 5$$

$$\text{その他の類縁物質の合計量(\%)} = B/B_S \times M_S/M_T \times 5$$

A：試料溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B：試料溶液から得たセフスロジン及びイソニコチン酸アミド以外のピークのピーク面積の和

B_I：標準溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B_S：標準溶液から得たセフスロジンのピーク面積

M_T：本品の秤取量(g)

M_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量(g)

M_I：イソニコチン酸アミドの秤取量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：A液　硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(97：3)

B液　硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(23：2)

試料注入後，14分でA液からB液に切り替える．

流量：セフスロジンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：セフスロジンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのピーク面積が，標準溶液のイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのそれぞれのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分 〈2.48〉　5.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行い，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセフスロジンナトリウム標準品約0.1g(力価)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〉により試験を行い，それぞれの液のセフスロジンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(97：3)

流量：セフスロジンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニコチン酸アミド40mgを標準溶液25mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

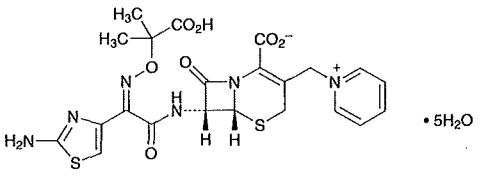
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

セフタジジム水和物

Ceftazidime Hydrate

セフタジジム



$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$：636.65

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-1-methylethoxyimino)acetylamino]-3-(pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate

[*78439-06-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフタジジム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品0.05gをとり，乾燥炭酸ナトリウム5mgを加え，核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5mLに溶かし，この液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 1.5ppm付近及びδ 6.9ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを，δ 7.9～9.2ppmに多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ6：1：5である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－28～－34°(乾燥物に換算したもの0.5g，pH6.0のリン酸塩緩衝液，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水100mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを，無水リン酸水素二ナトリウム5g及びリン酸二水素カリウム1gを水に溶かして100mLとした液10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.20以下である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質

（i）　トリチルー*t*－ブチル体及び*t*－ブチル体　本品0.10gを薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)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2μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸*n*－ブチル／酢酸(100)／pH4.5の酢酸塩緩衝液／1－ブタノール混液(16：16：13：3)を展開溶媒として約12cm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より上部のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（ii）　その他の類縁物質　本品20mgを移動相10mL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200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフタジジム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフタジジム以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム5.0gを水750mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.5に調整した後，水を加えて870mLとする．この液にアセトニトリル130mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフタジジムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に5mLとする．この液5μLから得たセフタジジムのピーク面積が標準溶液のセフタジジムのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品及びアセトアニリド0.01gずつを移動相20mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，アセトアニリドの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフタジジムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　遊離ピリジン　本品約50mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別にピリジン約0.1gを精密に量り，移動相を加えて正確に100mL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．それぞれの液のピリジンのピーク高さH_T及びH_Sを測定するとき，遊離ピリジンの量は0.3%以下である．

遊離ピリジンの量(mg)＝$M_S \times H_T / H_S \times 1/1000$

M_S：ピリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム2.88gを水500mLに溶かし，アセトニトリル300mLを加え，更に水を加えて1000mLとし，アンモニア水(28)を加えてpHを7.0に調整する．

流量：ピリジンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液10μLから得たピリジンのピーク高さが記録計フルスケールの約50%になることを確認する．

システムの性能：本品5mgをピリジンの移動相溶液(1→20000)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，ピリジンの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピリジンのピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下である．

乾燥減量〈2.41〉　13.0～15.0%(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　本品及びセフタジジム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて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セフタジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジメドンのpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム4.26g及びリン酸二水素カリウム2.72gを水980mLに溶かし，アセトニトリル20mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフタジジムの順に溶出し，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セフタジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

1 注射用セフタジジム

2 Ceftazidime 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 対応するセフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)を含む．

6 **製法** 本品は「セフタジジム水和物」をとり，注射剤の製法に
7 より製する．

8 **性状** 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

9 **確認試験** 本品のpH6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)に
10 つき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトル
11 を測定するとき，波長255～259nmに吸収の極大を示す．

12 **ｐＨ**〈2.54〉 本品の表示量に従い「セフタジジム水和物」
13 1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは5.8
14 ～7.8である．

15 **純度試験** 溶状 本品の表示量に従い「セフタジジム水和物」
16 1.0g(力価)に対応する量をとり，無水リン酸水素二ナトリウ
17 ム5g及びリン酸二水素カリウム1gを水に溶かして100mLと
18 した液10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液
19 につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うと
20 き，波長420nmにおける吸光度は0.3以下である．

21 **乾燥減量**〈2.41〉 14.0%以下(0.1g，減圧・0.67kPa以下，
22 60℃，3時間)．

23 **エンドトキシン**〈4.01〉 0.067EU/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．

25 **不溶性異物**〈6.06〉 第2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10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．
30 「セフタジジム水和物」約0.25g(力価)に対応する量を精密
31 に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確
32 に250mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液
33 5mLを正確に加え，更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液
34 を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にセフタジジム標
35 準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の
36 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとする．
37 この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，
38 更にpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50mLとし，
39 標準溶液とする．以下「セフタジジム水和物」の定量法を準
40 用する．

41 セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[mg(力価)]
42 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

43 M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

44 内標準溶液 ジメドンのpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝
45 液溶液(11→10000)

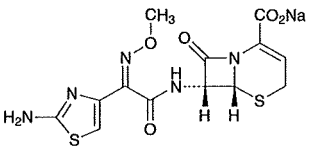
46 **貯法**

47 保存条件 遮光して保存する．

48 容器 密封容器．

セフチゾキシムナトリウム

Ceftizoxime Sodium



$C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$：405.38

Monosodium(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*68401-82-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり925～965μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$：383.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→63000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 4.0ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 6.3ppm付近に多重線のシグナルBを，δ 7.0ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋125～＋145°(脱水物に換算したもの0.25g，水，25mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（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)．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4） 類縁物質 本品0.11gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフチゾキシム以外のピークの面積はセフチゾキシムのピーク面積の0.5%以下であり，セフチゾキシム以外のピークの合計面積はセフチゾキシムのピーク面積の1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31g及びクエン酸一水和物1.42gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.6に調整する．この液200mLにアセトニトリル10mLを加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフチゾキシムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液1mLを正確に量り，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10mLとし，この液5μLから得たセフチゾキシムのピーク面積が，検出確認用溶液のセフチゾキシムのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：セフチゾキシム標準品約10mgをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLに溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフチゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 8.5%以下(0.4g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品及びセフチゾキシム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20mLとする．この液2mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて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セフチゾキシムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフチゾキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　3－ヒドロキシ安息香酸のpH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に

10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31g及びクエン酸一水和物1.42gを水1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH3.6に調整する．この液450mLにアセトニトリル50mLを加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7.0以上であり，それぞれのピークのシンメトリー係数は2以下である．

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セフチゾキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

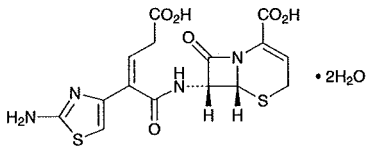
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフチブテン水和物

Ceftibuten Hydrate

セフチブテン



$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$：446.46

(6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-enoylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*118081-34-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$：410.42)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N*,*N*－ジメチルホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水，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．

確認試験

（1）　本品のpH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(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を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→30)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.2ppm付近及びδ5.1ppm付近に二重線のシグナルA及びBを，δ5.8ppm付近に四重線のシグナルCを，δ6.3ppm付近に単一線のシグナルDを示し，δ3.2ppm付近のシグナルを除く各シグナルの面積強度比B：C：Dはほぼ1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋135～＋155°(脱水物に換算したもの0.3g，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，50mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　8.0～13.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ピリジン／水分測定用エチレングリコール混液(5：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれにpH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液約36mLを加え，更に内標準溶液4mLずつを正確に加えた後，振り混ぜて溶かし，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セフチブテンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し，2時間以内に使用する．

セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

カラム：内径4mm，長さ20cm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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.005mol/L臭化*n*－デシルトリメチルアンモニウム試液／アセトニトリル混液(4：1)

流量：セフチブテンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5mgを1mol/L塩酸試液50mLに溶かし，室温で4時間放置する．この液10mLを量り，pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて25mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，トランス体，セフチブテンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液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セフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

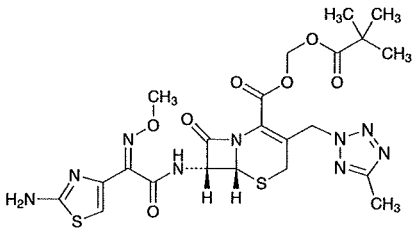
保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフテラム ピボキシル

Cefteram Pivoxil

セフテラムピボキシル



$C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$：593.64

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(5-methyl-2*H*-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*82547-58-8*, セフテラム]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり743μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の0.05mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.2ppm付近，δ 2.5ppm付近及びδ 4.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋35～＋43°(脱水物に換算したもの0.4g，メタノール，20mL，100mm)．

純度試験

（1） 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)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品50mgを移動相50mL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50mL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*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.25倍より大きくなく，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1／4倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の2.75倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数0.74を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフテラムピボキシルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液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から得たセフテラムピボキシルのピーク面積が標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフテラムピボキシルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフテラムピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉 3.0%以下(0.3g，電量滴定法)．

定量法 本品及びセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，次に内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液100mL及びアセトニトリル375mLに水を加えて1000mLとする．

流量：セフテラムピボキシルの保持時間が約14分にな

るように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフテラムピボキシルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル細粒

Cefteram Pivoxil Fine Granules

セフテラムピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)を含む．

製法　本品は「セフテラムピボキシル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，メタノール20mLを加えてよく振りまぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，0.05mol/L塩酸・メタノール試液を加えて500mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262～266nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100mLとする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，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50mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.75倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の17／25倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の3.7倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積には0.74の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉　0.3%以下(0.1g(力価)，電量滴定法)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」約0.3g(力価)に対応する量をとり，その質量を精密に量り，内標準溶液30mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて300mLとする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 6$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

「セフテラムピボキシル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の定量法のシステム適合性を準用する．

貯法　容器　気密容器．

セフテラム ピボキシル錠

Cefteram Pivoxil Tablets

セフテラムピボキシル錠

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)を含む．

製法 本品は「セフテラムピボキシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，メタノール20mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに0.05mol/L塩酸・メタノール試液を加えて500mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262～266nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本品を粉末にし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1g(力価)に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100mLとする．超音波処理により分散させた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.75倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の17／25より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の3.7倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積には0.74の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈2.48〉 4.0%以下(本品を粉末としたものの0.2g(力価)対応量，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，「セフテラムピボキシル」50mg(力価)当たり内標準溶液5mLを正確に加え，1mL中に「セフテラムピボキシル」約1mg(力価)を含む液となるように薄めたアセトニトリル(1→2)を加えてV mLとする．この液を超音波処理により分散させた後，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する．

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

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

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に「セフテラムピボキシル」約22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20mLに溶かした後，水を加えて正確に50mLとする．この液5mL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につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長300nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

定量法 本品の「セフテラムピボキシル」約1.0g(力価)に対応する個数をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)120mLを加えて超音波処理により分散させた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する．

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

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

貯法

保存条件 遮光して保存する．

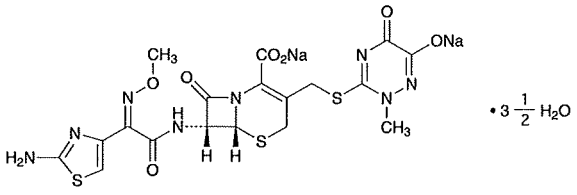
2　セフテラム　ピボキシル錠

102　容器　気密容器.

セフトリアキソンナトリウム水和物

Ceftriaxone Sodium Hydrate

セフトリアキソンナトリウム



$C_{18}H_{16}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：661.60

Disodium(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-2,5-dihydro-1,2,4-triazin-3-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate hemiheptahydrate

[*104376-79-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり905～935μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフトリアキソン($C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$：554.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフトリアキソンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.5ppm付近，δ 3.8ppm付近，δ 6.7ppm付近及びδ 7.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：3：1：2である．なお，δ 3.5ppm付近のシグナルが水のシグナルと重なる場合は，プローブ温度を約50℃に保ち，測定を行う．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－153～－170°(脱水物に換算したもの50mg，水，2.5mL，20mm)．

pH〈*2.54*〉　本品0.6gを水5mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.6gを水5mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質1　本品20mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)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，試料溶液のセフトリアキソンに対する相対保持時間が約0.5の不純物1のピーク面積及び相対保持時間約1.3の不純物2のピーク面積は標準溶液のセフトリアキソンのピーク面積より大きくない．ただし，不純物1及び不純物2のピーク面積は自動積分法で測定した面積にそれぞれ感度係数0.9及び1.2を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796g及びリン酸二水素カリウム3.522gを水に溶かして正確に1000mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256g及び水酸化ナトリウム7.840gを水に溶かして正確に1000mLとし，B液とする．臭化テトラ*n*-ヘプチルアンモニウム4.00gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLに溶かす．この液に水490mL，A液55mL及びB液5mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に200mL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，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積の0.9～1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品10mgを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かして5mLとする．この液にテレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)5mLを加え，更に水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：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，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（5）　類縁物質2　本品10mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)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，試料溶液のセフトリアキソンが溶出した後の不純物の各々のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．また，これらの不純物のピークの合計面積は標準溶液のピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796g及びリン酸二水素カリウム3.522gを水に溶かして正確に1000mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256g及び水酸化ナトリウム7.840gを水に溶かして正確に1000mLとし，B液とする．臭化テトラ*n*-ヘプチルアンモニウム4.00gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLに溶かす．この液に水490mL，A液55mL及びB液5mLを加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル700mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約3分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に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，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10μLから得たセフトリアキソンのピーク面積の0.9～1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品10mgを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)に溶かして5mLとする．この液にテレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)5mLを加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて200mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈2.48〉　8.0～11.0%(0.15g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフトリアキソンナトリウム標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200mL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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフトリアキソン($C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフトリアキソンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　テレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796g及びリン酸二水素カリウム3.522gを水に溶かし，正確に1000mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256g及び水酸化ナトリウム7.840gを水に溶かし，正確に1000mLとし，B液とする．臭化テトラ*n*-ヘプチルアンモニウム4.00gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLに溶かし，この液に水490mL，A液55mL及びB液5mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

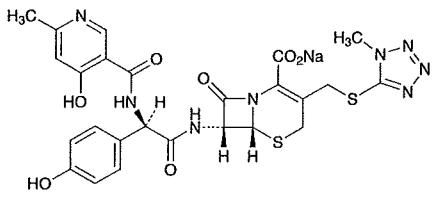
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフピラミドナトリウム

Cefpiramide Sodium



$C_{25}H_{23}N_8NaO_7S_2$：634.62

Monosodium(6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-hydroxy-6-methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*74849-93-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～990μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$：612.64)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.3ppm付近，δ 3.9ppm付近及びδ 8.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33～－40°(脱水物に換算したもの0.2g，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液，10mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品2.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gをpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品約25mgを精密に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥した液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール約25mg及びセフピラミド標準品約75mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次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．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールは1.0%以下であり，その他の個々の類縁物質は1.5%以下であり，その他の類縁物質の合計は4.0%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール($C_2H_4N_4S$)の量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa}$

その他の個々の類縁物質の量(%)$= M_{Sb} / M_T \times A_{Tc} / A_{Sb}$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

M_{Sb}：セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(mg)

A_{Sa}：標準溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Sb}：標準溶液のセフピラミドのピーク面積

A_{Ta}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Tc}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)

流量：セフピラミドの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：セフピラミドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，pH7.5の0.03mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液5μLから得た1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積が，標準溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：セフピラミド標準品25mg及びケイ皮酸7mgをとり，移動相に溶かし，50mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ケイ皮酸，セフピラミドの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉　7.0%以下(0.35g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセフピラミド標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えて溶かし，移動相を加えて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セフピラミドのピーク面積の比 Q_T及びQ_Sを求める．

セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－ジメチルアミノアンチピリン溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH6.8の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル／メタノール／テトラヒドロフラン混液(22：1：1：1)

流量：セフピラミドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフピラミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液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セフピラミドのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

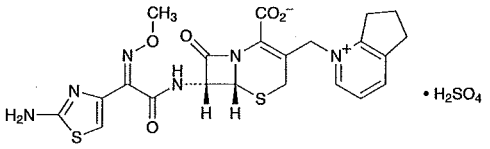
保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフピロム硫酸塩

Cefpirome Sulfate

硫酸セフピロム



$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2 \cdot H_2SO_4$：612.66

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6,7-dihydro-5*H*-cyclopenta[*b*]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate

[*98753-19-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり760μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$：514.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品10mgを水2mLに溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液3mLを加え，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品1mgを水4mLに溶かし，氷冷しながら希塩酸1mLを加え，新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)1mLを加え，2分間放置する．更に，氷冷しながらアミド硫酸アンモニウム試液1mLを加え，1分間放置した後，*N*－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液(1→1000)1mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品5mgをとり，エタノール(95)1mL及び水1mLを加えて溶かし，1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.1gを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)2～3滴及びエタノール(95)3mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（4） 本品及びセフピロム硫酸塩標準品の0.01mol/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セフピロム硫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．

（5） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25)につき，3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 4.1ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 5.9ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 7.1ppm付近に単一線のシグナルCを，δ 7.8ppm付近に多重線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：1：1：1である．

（6） 本品の水溶液(1→250)は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$(270nm)：405～435(脱水物に換算したもの50mg，0.01mol/L塩酸試液，2500mL)．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：－27～－33°(脱水物に換算したもの0.5g，アセトニトリル25mLに水を加えて50mLとした液，20mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは1.6～2.6である．

純度試験

（1） 溶状 別に規定する．

（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)．

（3） ヒ素 別に規定する．

（4） 類縁物質 別に規定する．

（5） 残留溶媒 別に規定する．

水分〈*2.48*〉 2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.10EU/mg(力価)未満．

定量法 本品及びセフピロム硫酸塩標準品約50mg(力価)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100mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に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，それぞれの液のセフピロムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフピロム硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム3.45gを水1000mLに溶かし，リン酸を用いてpH3.3に調整する．この液800mLにアセトニトリル100mLを加える．

流量：セフピロムの保持時間が約7.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフピロムのピークの理論段数は3600段以上である．

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5回繰り返すとき，セフピロムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

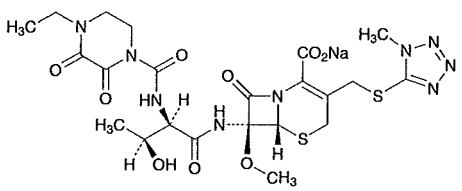
貯法

保存条件 2～8℃で保存する．

容器 密封容器．

セフブペラゾンナトリウム

Cefbuperazone Sodium



$C_{22}H_{28}N_9NaO_9S_2$：649.63

Monosodium(6*R*,7*S*)-7-{(2*R*,3*S*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-3-hydroxybutanoylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*76648-01-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり870μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフブペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$：627.65)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品0.1gに核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン0.5mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重水1滴を加えて溶かし，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^{1}Hを測定するとき，δ1.1ppm付近に三重線のシグナルAを，δ1.6ppm付近及びδ5.1ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋48～＋56°(脱水物に換算したもの0.4g，水，20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水4mLに溶かした液のpHは4.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水4mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4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0.10gを移動相100mL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50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μL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し，標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の50倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，セフブペラゾンに対する相対保持時間約0.2の類縁物質Ⅰは2.0%以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間約0.6の類縁物質Ⅱは4.5%以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間約1.6の類縁物質Ⅲは1.0%以下である．また，類縁物質の合計面積は6.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅢのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.72及び0.69を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフブペラゾンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液25μLから得たセフブペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフブペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフブペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下　(3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフブペラゾン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフブペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフブペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(83：13：4)1000mLに臭化テトラ*n*-プロピルアンモニウム2.0gを溶かす．

流量：セフブペラゾンの保持時間が約16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10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフブペラゾンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

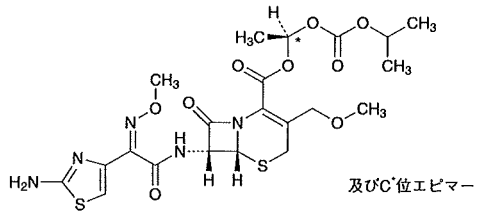
保存条件　冷所に保存する．

容器　密封容器．

セフポドキシム　プロキセチル

Cefpodoxime Proxetil

セフポドキシムプロキセチル



及びC'位エピマー

$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$：557.60

(1*RS*)-1-[(1-Methylethoxy)carbonyloxy]ethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-methoxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*87239-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり706～774μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡褐白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセ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比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチ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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ1.3ppm付近及びδ1.6ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルA及びBを，δ3.3ppm付近及びδ4.0ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルC及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ2：1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24.0～＋31.4°(脱水物に換算したもの0.1g，アセトニトリル，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　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)．

（2）　類縁物質　本品50mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)20μLにつき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．面積百分率法により類縁物質の量を求めるとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bに対する相対保持時間約0.8のピークは2.0%以下，セフポドキシムプロキセチル以外のピークはそれぞれ1.0%以下であり，セフポドキシムプロキセチル以外のピークの合計は6.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：22℃付近の一定温度

移動相A：水／メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(11：8：1)．

移動相B：メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(19：1)．

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 65	95	5
65 ～ 145	95 → 15	5 → 85
145 ～ 155	15	85

流量：セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの保持時間が約60分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフポドキシムプロキセチルの異性体Bの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて正確に200mLとし，検出の確認用溶液とする．検出の確認用溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たセフポドキシムプロキセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積が検出の確認用溶液のセフポドキシムプロキセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する．

システムの性能：本品1mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：本品1mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体A及びセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉　0.2%以下(1g).

異性体比　定量法の試料溶液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，セフポドキシムプロキセチルの2本に分離した異性体の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を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.50～0.60である.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する.

定量法　本品及びセフポドキシムプロキセチル標準品約60mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル80mLに溶かし，内標準溶液4mLずつを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピーク面積の比Q_{T1}及びQ_{S1}，並びにQ_{T2}及びQ_{S2}を求める.

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]

$=M_S \times (Q_{T1}+Q_{T2})/(Q_{S1}+Q_{S2}) \times 1000$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル0.3gをクエン酸一水和物のアセトニトリル溶液(1→2000)に溶かし，100mLとする.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：9)

流量：内標準物質の保持時間が約11分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，2種の異性体の分離度は4以上である.

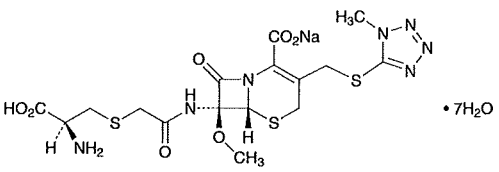
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　気密容器.

セフミノクスナトリウム水和物

Cefminox Sodium Hydrate

セフミノクスナトリウム



$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7H_2O$: 667.66

Monosodium(6*R*,7*S*)-7-{2-[(2*S*)-2-amino-2-carboxyethylsulfanyl]acetylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate heptahydrate

[*75498-96-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～970μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフミノクス($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$: 519.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクス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．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→30)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 3.2ppm付近に多重線のシグナルAを，δ 3.5ppm付近に単一線のシグナルBを，δ 4.0ppm付近に単一線のシグナルCを，δ 5.1ppm付近に単一線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ2：3：3：1である．

（4） 本品の水溶液(1→100)は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$ ：＋62～＋72°(50mg，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品0.70gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（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)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

水分〈*2.48*〉 18.0～20.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる．

（ⅱ） 培地 培地(1)の3)のⅲを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5～6.6とする．

（ⅲ） 標準溶液 セフミノクスナトリウム標準品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃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，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に40μg(力価)及び20μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

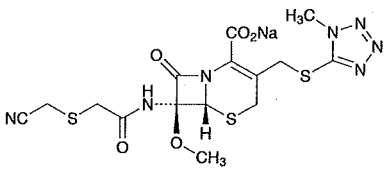
（ⅳ） 試料溶液 本品約40mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に40μg(力価)及び20μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

（ⅴ） 操作法 培養は32～35℃で行う．

貯法 容器 密封容器．

セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$：493.52

Monosodium(6*R*,7*R*)-7-{[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*56796-20-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり860～965μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，テトラヒドロフランに極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 3.6ppm付近，δ 4.1ppm付近及びδ 5.2ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋73～＋85°(0.25g，水，25mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.2～6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.10gを量り，水2mLを加えて溶かし，試料溶液とする．試料溶液1mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液(1)とする．別に1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール0.10gを量り，水に溶かして正確に100mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，速やかに薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：1：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，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く，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(1)から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフメタゾール標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液1mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム5.75gを水700mLに溶かす．この液にメタノール280mL，テトラヒドロフラン20mL，40%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液3.2mLを加え，リン酸を加えてpH4.5に調整する．

流量：セフメタゾールの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフメタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

注射用セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するセフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53)を含む．

製法　本品は「セフメタゾールナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフメタゾールナトリウム」1.0g(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かした液のpHは4.2～6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「セフメタゾールナトリウム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.5mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液5mLを正確にとり，水を加えて正確に50mLとする．この液15mLを正確にとり，水を加えて正確に20mLとする．

（2）　類縁物質　「セフメタゾールナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉　0.06EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，それぞれの内容物を移動相に溶かした後，各々の液を合わせ，更に移動相を加えて正確に500mLとする．「セフメタゾールナトリウム」約0.2g(力価)に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，試料溶液とする．別にセフメタゾール標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えて混和し，標準溶液とする．以下「セフメタゾールナトリウム」の定量法を準用する．

セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

M_S：セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

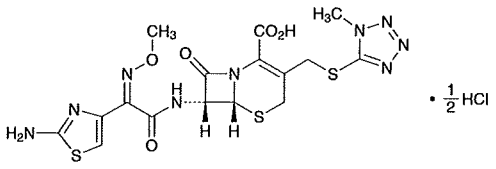
内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→10000)

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

セフメノキシム塩酸塩

Cefmenoxime Hydrochloride

塩酸セフメノキシム



$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3 \cdot \frac{1}{2}HCl$: 529.79

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride

[*75738-58-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり890～975μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$: 511.56)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡だいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，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．

確認試験

（1） 本品のpH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.9ppm付近に2つの単一線のシグナルA及びBを，δ 6.8ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4） 本品10mgをとり，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20)1mLを加えて溶かした後，酢酸(100)5mL及び硝酸銀試液2滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$: −27～−35°(1g，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液，100mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品0.10gを水150mLに溶かした液のpHは2.8～3.3である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを薄めた炭酸ナトリウム試液(1→4)10mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（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)．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，冷後，残留物に希塩酸10mLを加える(2ppm以下)．

（4） 類縁物質 本品約0.1gを精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かした後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオール約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250mLとし，標準溶液(1)とする．別にセフメノキシム塩酸塩標準品約0.1gを精密に量り，pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液20mLに溶かした後，移動相を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを正確にとり，調製後直ちに，次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．次式により1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオール及び総類縁物質の量を求めるとき，それぞれ1.0%以下及び3.0%以下である．

1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオールの量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 20$

総類縁物質の量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 20 + M_{Sb} / M_T \times S_T / A_{Sb} \times 5$

M_{Sa} : 1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオールの秤取量(g)

M_{Sb} : セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量(g)

M_T : 本品の秤取量(g)

A_{Sa} : 標準溶液(1)の1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオールのピーク面積

A_{Sb} : 標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積

A_{Ta} : 試料溶液の1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオールのピーク面積

S_T : 試料溶液の1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフメノキシムの保持時間の2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液(1)5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得た1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオールのピーク面積が，標準溶液(1)の1−メチル−1*H*−テトラゾール−5−チオールのピーク面積の4.5～5.5%になることを確認する．次いで標準溶液(2)2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLか

ら得たセフメノキシムのピーク面積が，標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積の1.5～2.5%になることを確認する．

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，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分 〈2.48〉　1.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2：1)を用いる)．

定量法　本品及びセフメノキシム塩酸塩標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液10mLに溶かした後，移動相を加えて正確に50mLとする．この液4mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液20mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　フタルイミドのメタノール溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(50：10：1)

流量：セフメノキシムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフメノキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.3以上である．

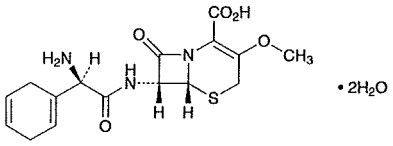
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

セフロキサジン水和物

Cefroxadine Hydrate

セフロキサジン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 2H_2O$：401.43

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-cyclohexa-1,4-dienylacetylamino]-3-methoxy-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*51762-05-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり930～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は微黄白色～淡黄色の結晶性の粒又は粉末である．

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にくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は0.001mol/L塩酸試液又は希酢酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.001mol/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セフロキサジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.8ppm付近，δ 4.1ppm付近及びδ 6.3ppm付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ4：3：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋95～＋108°(脱水物に換算したもの0.1g，薄めた酢酸(100)(3→25)，100mL，100mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを磁製るつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加えて注意して加熱した後，500～600℃で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，塩酸6mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．次に残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH3～4に調整した後，希酢酸2mLを加え，必要ならばろ過し，ネスラー管に入れ，るつぼは水10mLで洗い，洗液及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mL，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを磁製るつぼに量り，以下検液の調製と同様に操作する(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品10mgを移動相100mL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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，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，試料溶液のセフロキサジンに対する相対保持時間約0.07，0.6及び0.8のそれぞれのピーク面積は，それぞれ標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の2倍，4倍及び標準溶液のセフロキサジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキサジン及び上記のピーク以外のピーク面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の1／2より大きくなく，かつ試料溶液のセフロキサジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の6倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム1.4gを水／アセトニトリル混液(489：11)1000mLに溶かす．

流量：セフロキサジンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液40μLから得たセフロキサジンのピーク面積が，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品3mg及びオルシン15mgを移動相100mLに溶かす．この液40μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフロキサジンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキサジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　8.5～12.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフロキサジン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mL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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→50)／アセトニトリル混液(97：3)

流量：セフロキサジンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフロキサジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セフロキサジン

Cefroxadine for Syrup

セフロキサジンドライシロップ

本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0～107.0%に対応するセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)を含む．

製法　本品は「セフロキサジン水和物」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフロキサジン水和物」2mg(力価)に対応する量をとり，0.001mol/L塩酸試液100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267～271nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　4.5%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，希酢酸／リン酸混液(500：1)$4V/5$ mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，「セフロキサジン水和物」50mg(力価)当たり内標準溶液5mLを正確に加え，1mL中に「セフロキサジン水和物」約0.25mg(力価)を含む液になるように希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えてVmLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとし，標準溶液とする．以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T/Q_S \times V/200$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

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

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

本品の表示量に従い「セフロキサジン水和物」約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水10mLを加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長267nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/C \times 450$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セフロキサジン水和物」約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)160mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，内標準溶液5mLを正確に加え，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5mLを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200mLとし，標準溶液とする．以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T/Q_S$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

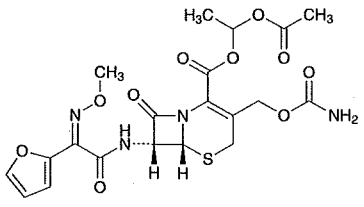
内標準溶液　バニリン1.6gをメタノール5mLに溶かし，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて100mLとする．

貯法　容器　気密容器．

セフロキシム　アキセチル

Cefuroxime Axetil

セフロキシムアキセチル



$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$：510.47

(1*RS*)-1-Acetoxyethyl(6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-[(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64544-07-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱アセトン物1mg当たり800～850μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセ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比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチ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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.5ppm付近に二重線又は一対の二重線のシグナルAを，δ 2.1ppm付近に一対の単一線のシグナルBを，δ 3.9ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋41～＋47°(0.5g，メタノール，50mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，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る．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品25mgをメタノール4mLに溶かした後，リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて10mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，メタノール40mLを加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)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，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピーク面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフロキシムアキセチルの2つのピークのうち保持時間の大きい方のピークの約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，メタノール4mLを加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて正確に10mLとする．この液2μLから得たセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積が標準溶液のセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　アセトン　本品約1gを精密に量り，内標準溶液0.2mLを正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて溶かし，10mLとし，試料溶液とする．別にアセトン約0.5gを精密に量り，ジメチルスルホキシドを加えて正確に100mLとする．この液0.2mLを正確に量り，内標準溶液0.2mLを正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて10mL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，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，アセトンの量は1.3%以下である．

$$\text{アセトンの量}(\%) = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

M_S：アセトンの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　1－プロパノールのジメチルスルホキシド溶液(1→200)

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2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール600及びガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500を1：1の割合で混合したものを125～150μm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．

カラム温度：90℃付近の一定温度

注入口温度：115℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトン，内標準物質の順に流出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分 〈2.48〉 2.0%以下(0.4g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉 0.2%以下(0.5g)．

異性体比 定量法の試料溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い，セフロキシムアキセチルの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0.48～0.55である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定量法 本品及びセフロキシムアキセチル標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加え，更にメタノール5mLを加えた後，リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)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〉 により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)の量[μg(力価)]

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

M_S：セフロキシムアキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 アセトアニリドのメタノール溶液(27→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

カラム：内径4.6mm，長さ20cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)／メタノール混液(5：3)

流量：セフロキシムアキセチルの2つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフロキシムアキセチルの順に溶出し，セフロキシムアキセチルの2つのピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの2つのピークの合計面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

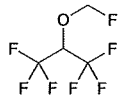
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

セボフルラン

Sevoflurane



$C_4H_3F_7O$：200.05

1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-(fluoromethoxy)propane

[*28523-86-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，セボフルラン($C_4H_3F_7O$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色澄明の流動しやすい液である．

本品はエタノール(99.5)と混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

本品は揮発性で，引火性はない．

屈折率　n_{20}^{20}：1.2745～1.2760

沸点：約58.6℃

確認試験　本品約1μLを10cmの長さの光路を持つ気体セルにとり，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の気体試料測定法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセボフルラン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.510～1.530

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品50mLに新たに煮沸し冷却した水50mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液20mLにブ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，液の色は赤紫色である．また，試料溶液20mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L塩酸0.6mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（2）　可溶性フッ化物　本品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0.2mL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における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(1ppm以下)．

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム2.21gを正確に量り，水に溶かして正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液1mLはフッ素(F)0.01mgを含む．

（3）　類縁物質　本品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．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セボフルランに対する相対保持時間約0.84のヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテルの量は0.005%以下であり，セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ0.0025%以下である．また，セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの合計量は0.005%以下である．

試験条件

検出器，カラム，注入口温度，検出器温度，キャリヤーガス及びスプリット比は定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：40℃付近の一定温度で注入し，10分間保った後，200℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温し，200℃付近の一定温度に保つ．

流量：セボフルランの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：セボフルランの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品20μLを量り，*o*－キシレンを加えて20mLとする．この液1mLに*o*－キシレンを加えて20mL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，*o*－キシレンを加えて正確に10mLとする．この液2μLから得たセボフルランのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセボフルランのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，セボフルランのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セボフルランのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

（5）　蒸発残留物　本品10mLを正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

水分〈*2.48*〉　0.2w/v%以下(5mL，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセボフルラン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準物質としてジメトキシメタン5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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，内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セボフルラン($C_4H_3F_7O$)の量(mg)

$= V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.521$

V_S：脱水物に換算した標準品の秤取量(mL)

1.521：セボフルランの比重(d_{20}^{20})

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径0.32mm，長さ30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコーンを厚さ1.8μmで被覆する．
カラム温度：40℃
注入口温度：200℃付近の一定温度
検出器温度：225℃付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：セボフルランの保持時間が約3分になるように調整する．
スプリット比：1：20

システム適合性

システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，セボフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セラセフェート

Cellacefate

酢酸フタル酸セルロース

[*9004-38-0*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である．

本品は定量するとき，換算した遊離酸を含まない脱水物に対し，アセチル基(－$COCH_3$：43.04)21.5～26.0%及びカルボキシベンゾイル基(－COC_6H_4COOH：149.12)30.0～36.0%を含む．

◆**性状** 本品は白色の粉末又は粒である．

本品はアセトンに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験 本品につき，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◆セラセフェート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

粘度〈2.53〉 本品の換算した脱水物15gに対応する量を正確に量り，アセトンと水の質量比で249：1の混液85gを加えて溶かし，25±0.2℃で第1法により測定した本品の動粘度の値 ν と別に比重及び密度測定法〈2.56〉により測定した本品の密度の値 ρ から，$\eta = \rho\nu$ により本品の粘度 η を計算するとき，45～90mPa・sである．

純度試験

◆(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)．◆

(2) 遊離酸 本品約3gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，薄めたメタノール(1→2)100mLを加え，密栓して2時間振り混ぜた後，ろ過する．共栓三角フラスコ及び残留物を薄めたメタノール(1→2)10mLずつで2回洗い，洗液及びろ液を合わせ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．薄めたメタノール(1→2)120mLを用いて空試験を行い，補正する．

遊離酸の量(%)＝0.8306A／M

A：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

遊離酸の量はフタル酸($C_8H_6O_4$：166.13)として3.0%以下である．

水分〈2.48〉 5.0%以下(1g，容量滴定法，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール(99.5)／ジクロロメタン混液(3：2)を用いる)．

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1g)．

定量法

(1) カルボキシベンゾイル基 本品約1gを精密に量り，エタノール(95)／アセトン混液(3：2)50mLを加えて溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

カルボキシベンゾイル基($C_8H_5O_3$)の含量(%)

$$=\frac{\dfrac{1.491\times A}{M}-(1.795\times B)}{100-B}\times 100$$

A：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

(2) アセチル基 本品約0.1gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，0.1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，これに還流冷却器を付け，30分間煮沸する．冷後，フェノールフタレイン試液5滴を加え，0.1mol/L塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行う．

遊離酸及び結合酸のアセチル基(C_2H_3O)としての含量(%)

＝0.4305A／M

A：空試験で補正後の消費された0.1mol/L水酸化ナトリウム液の量(mL)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

アセチル基(C_2H_3O)の含量(%)

＝100×(P－0.5182B)／(100－B)－0.5772C

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)

C：カルボキシベンゾイル基の含量(%)

P：遊離酸及び結合酸のアセチル基(C_2H_3O)としての含量(%)

貯法 容器 気密容器．

ゼラチン

Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性状 本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5～10倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点はpH7.0～9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点はpH4.5～5.0である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)5mLに酸化クロム(VI)試液又は2,4,6－トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液(1→5000)5mLにタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1） 異臭及び不溶物 本品1.0gに水40mLを加え，加熱して溶かすとき，液は不快臭がない．また，この液は澄明であるか，又は濁ることがあってもわずかであり，その色は色の比較液Aより濃くない．

（2） 亜硫酸塩 本品20.0gを丸底フラスコにとり，熱湯150mLに溶かし，シリコーン樹脂3～5滴，リン酸5mL及び炭酸水素ナトリウム1gを加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液50mLを入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液50mLを得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液2mLを加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，水で洗い，強熱するとき，残留物は4.5mg以下である．ただし，カプセル又は錠剤の製法に用いるものは75mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品0.5g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2.5mLを加える(50ppm以下)．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品15.0gをフラスコに入れ，薄めた塩酸(1→5)60mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5gを加えて放冷し，マグネシア試液30mLを加えて1時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液(1→4)10mLずつで5回洗い，薄めた塩酸(1→4)に溶かし正確に50mLとする．この液5mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液15mLを用い，同様に操作する(1ppm以下)．

（5） 水銀 本品2.0gを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し2時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約60℃に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液(3→50)5mLを加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約20分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に150mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0mLを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(0.1ppm以下)．

乾燥減量 15.0%以下．本品約1gを，110℃で3時間乾燥した海砂(1号)10gを入れた質量既知の200mLのビーカーに精密に量り，水20mLを加え，時々よく振り混ぜ，30分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110℃で3時間乾燥する．

強熱残分〈*2.44*〉 2.0%以下(0.5g)．

貯法 容器 気密容器．

精製ゼラチン

Purified Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性状 本品は無色～淡黄色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に溶けやすく，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．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5～10倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点はpH7.0～9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点はpH4.5～5.0である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)5mLに酸化クロム(VI)試液又は2,4,6－トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液(1→5000)5mLにタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1） 異臭及び不溶物 本品1.0gに水40mLを加え，加熱して溶かすとき，液は無色澄明であり，不快臭がない．ただし，液層は20mmとする．

（2） 亜硫酸塩 本品20.0gを丸底フラスコにとり，熱湯150mLに溶かし，シリコーン樹脂3～5滴，リン酸5mL及び炭酸水素ナトリウム1gを加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液50mLを入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液50mLを得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液2mLを加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，水で洗い，強熱するとき，残留物は1.5mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） 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)．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品15.0gをフラスコに入れ，薄めた塩酸(1→5)60mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5gを加えて放冷し，マグネシア試液30mLを加えて1時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液(1→4)10mLずつで5回洗い，薄めた塩酸(1→4)に溶かし正確に50mLとする．この液5mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液15mLを用い，同様に操作する(1ppm以下)．

（5） 水銀 本品2.0gを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し2時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約60℃に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液(3→50)5mLを加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約20分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に150mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(II)・硫酸試液10mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0mLを分解フラスコにとり，薄めた硫酸(1→2)20mL及び過マンガン酸カリウム溶液(3→50)100mLを加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい(0.1ppm以下)．

乾燥減量 15.0%以下． 本品約1gを，110℃で3時間乾燥した海砂(1号)10gを入れた質量既知の200mLのビーカーに精密に量り，水20mLを加え，時々よく振り混ぜ，30分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110℃で3時間乾燥する．

強熱残分〈*2.44*〉 2.0%以下(0.5g)．

貯法 容器 気密容器．

精製セラック

Purified Shellac

本品はラックカイガラムシ*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である．

性状 本品は淡黄褐色～褐色のりん片状細片で，堅くてもろく，つやがあり，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸価 〈*1.13*〉 60～80 本品約1gを精密に量り，中和エタノール40mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L水酸化カリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

純度試験

(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)．

(2) ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(5ppm以下)．

(3) エタノール不溶物 本品約5gを精密に量り，エタノール(95)50mLを加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール(95)で3時間抽出し，円筒ろ紙を105℃で3時間乾燥するとき，残留物の量は2.0%以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

(4) ロジン 本品2.0gにエタノール(99.5)10mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル50mLを徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水50mLずつで2回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素／フェノール混液(2：1)2mLに溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素／臭素混液(4：1)を満たし，直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は1分間以内に紫色又は青色を呈しない．

(5) ワックス 本品10.0gに炭酸ナトリウム十水和物溶液(9→200)150mLを加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に2時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで65℃で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで2時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その量は20mg以下である．

乾燥減量 2.0%以下． 本品の中末約1gを精密に量り，初め40℃で4時間，次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で15時間乾燥する．

灰分 〈*5.01*〉 1.0%以下(1g)．

貯法 容器 密閉容器．

白色セラック

White Shellac

本品はラックカイガラムシ*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)の分泌物を漂白して得た樹脂状の物質である．

性状 本品は黄白色～淡黄色の粒で，堅くてもろく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，石油エーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸価 〈*1.13*〉 65～90 ただし，本品約0.5gを精密に量り，中和エタノール50mLを加え，加温して溶かし，冷後，「精製セラック」の酸価を準用する．

純度試験

（1） 塩化物 〈*1.03*〉 本品0.40gにエタノール(95)5mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水40mLを加え，冷後，希硝酸12mL及び水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.01mol/L塩酸0.80mLにエタノール(95)2.5mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.140%以下)．

（2） 硫酸塩 〈*1.14*〉 本品0.40gにエタノール(95)5mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水40mLを加え，冷後，希塩酸2mL及び水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.45mLにエタノール(95)2.5mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.110%以下)．

（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)．

（4） ヒ素 〈*1.11*〉 本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後，過酸化水素(30)1.5mLを加え，点火して燃焼させる(5ppm以下)．

（5） エタノール不溶物 本品約5gを精密に量り，エタノール(95)50mLを加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール(95)で3時間抽出し，円筒ろ紙を105℃で3時間乾燥するとき，残留物の量は2.0%以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（6） ロジン 本品2.0gにエタノール(99.5)10mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル50mLを徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水50mLずつで2回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素／フェノール混液(2：1)2mLに溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素／臭素混液(4：1)を満たし，直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は1分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（7） ワックス 本品10.0gに炭酸ナトリウム十水和物溶液(9→200)150mLを加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に2時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで65℃で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで2時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その量は20mg以下である．

乾燥減量 6.0%以下．本品の中末約1gを精密に量り，初め40℃で4時間，次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で15時間乾燥する．

灰分 〈*5.01*〉 1.0%以下(1g)．

貯法

保存条件 冷所に保存する．

容器 密閉容器．

セラペプターゼ

Serrapeptase

[95077-02-4]

本品はセラチア(*Serratia*)属細菌から製したもので，たん白分解作用を有する酵素である．

通例，「乳糖水和物」で薄めてある．

本品1mgは，2000～2600セラペプターゼ単位を含む．

本品は吸湿性である．

性状 本品は灰白色～淡褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験 本品0.4gをpH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液100mLに溶かし，この液1mLずつを正確に試験管3本に量りとる(A，B及びCとする)．Aの試験管に水1mLを，B及びCの試験管に0.04mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液1mLずつを正確に加え，穏やかに混和した後，4±1℃の水浴中に約1時間放置する．次にBの試験管に0.04mol/L塩化亜鉛試液2mLをA及びCの試験管に水2mLずつを正確に加え，穏やかに混和した後，再び4±1℃の水浴中に約1時間放置する．A，B及びCそれぞれの液1mLを正確に量り，pH9.0のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えてA及びB液は正確に200mL，C液は正確に50mLとし，それぞれ試料溶液とする．これらの液につき，定量法の項に従って操作するとき，AとBの含量はほぼ等しく，CはAの5%以下である．

A，B及びC液の含量＝ $A_T / A_S \times 1/20 \times D \times 176$

A_S：標準溶液の吸光度

A_T：試料溶液の吸光度

20：反応時間(分)

D：希釈倍率(A液及びB液＝200，C液＝50)

176：換算係数

全酵素反応液量／ろ液採取量
×チロシン標準溶液2mL中のチロシン量

純度試験

(1) 重金属 〈1.07〉 本品1.0gを磁製のるつぼに量り，硫酸及び硝酸それぞれ2滴を加えた後，強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸ヒドロキシルアミン溶液(3→100)10mL及び希酢酸2mLを加え，水浴上で5分間加温する．冷後，必要ならばろ過し，水10mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は硫酸及び硝酸それぞれ2滴を加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物に塩酸2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液2.0mL，塩酸ヒドロキシルアミン溶液(3→100)10mL及び希酢酸2mLを加えて水浴上で5分間加温し，以下検液の調製法と同様に操作した後，水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

(2) ヒ素 〈1.11〉 本品0.40gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(3→10)5mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，次に小火炎で加熱しながら灰化する(5ppm以下)．

乾燥減量 〈2.41〉 7.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分 〈2.44〉 1.5%以下(1g)．

定量法

(i) 試料溶液の調製 本品0.100gを正確に量り，硫酸アンモニウム溶液(1→20)を加えて正確に100mLとし，よく振り混ぜて溶かした後，その1mLを正確に量り，pH9.0のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて正確に200mLとし，試料溶液とする．

(ii) チロシン標準溶液の調製 チロシン標準品を105℃で3時間乾燥し，その0.160gを正確に量り，0.2mol/L塩酸試液に溶かし，正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，0.2mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．用時製する．

(iii) 基質溶液の調製 乳製カゼイン(別途60℃，3時間減圧(0.67kPa以下)で乾燥減量 〈2.41〉 を測定しておく)1.20gに対応する量を正確に量り，ホウ酸ナトリウム溶液(19→1000)160mLを加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，1mol/L塩酸試液を加えて，pHを正確に9.0に調整した後，pH9.0のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて，正確に200mLとする．37±0.5℃に加温して用いる．用時製する．

(iv) 沈殿試液の調製 セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液を用いる．37±0.5℃に加温して用いる．

(v) 操作法 試料溶液1mLを正確に量り，共栓試験管(15×130mm)に入れ，37±0.5℃で5分間放置した後，基質溶液5mLを正確に加え，直ちによく振り混ぜる．この液を37±0.5℃で正確に20分間放置した後，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加え，振り混ぜ，再び37±0.5℃で30分間放置した後，乾燥ろ紙でろ過する．ろ液2mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(3→50)5mLを正確に加え，振り混ぜ，次いで薄めたフォリン試液(1→3)1mLを正確に加え，よく振り混ぜ，37±0.5℃で30分間放置する．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長660nmにおける吸光度A_1を測定する．別に試料溶液1mLを正確に量り，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液5mLを正確に加え，振り混ぜた後，基質溶液5mLを正確に加え，37±0.5℃で30分間放置し，以下同様に操作して吸光度A_2を測定する．また，チロシン標準溶液2mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(3→50)5mLを正確に加え，振り混ぜた後，薄めたフォリン試液(1→3)1mLを正確に加え，よく振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作して吸光度A_3を測定する．別に0.2mol/L塩酸試液2mLを正確に量り，同様に操作して吸光度A_4を測定する．

本品1mg当たりのセラペプターゼ単位

$= (A_1 - A_2) / (A_3 - A_4) \times 1/20 \times 200 \times 176$

20：反応時間(分)

200：希釈倍数

176：換算係数

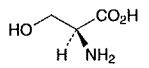
全酵素反応液量／ろ液採取量
×チロシン標準溶液2mL中のチロシン量

ただし，上記の操作において，基質溶液5mLから1分間にチロシン相当量1μgを生じるセラペプターゼの量を1セラペプターゼ単位とする．

貯法 容器 気密容器．

L−セリン

L-Serine



$C_3H_7NO_3$：105.09

(2*S*)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid

[*56-45-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L−セリン($C_3H_7NO_3$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味はわずかに甘い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は2mol/L塩酸試液に溶ける．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋14.0～＋16.0°(乾燥後，2.5g，2mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.2～6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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(10ppm以下)．

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

（7）　類縁物質　本品0.10g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10mL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℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，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0.11gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mL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＝10.51mg $C_3H_7NO_3$

貯法　容器　気密容器．

セルモロイキン(遺伝子組換え)

Celmoleukin(Genetical Recombination)

Ala-Pro-Thr-Ser-Ser-Ser-Thr-Lys-Lys-Thr-Gln-Leu-Gln-Leu-Glu-His-Leu-Leu-Leu-Asp-Leu-Gln-Met-Ile-Leu-Asn-Gly-Ile-Asn-Asn-Tyr-Lys-Asn-Pro-Lys-Leu-Thr-Arg-Met-Leu-Thr-Phe-Lys-Phe-Tyr-Met-Pro-Lys-Lys-Ala-Thr-Glu-Leu-Lys-His-Leu-Gln-Cys-Leu-Glu-Glu-Glu-Leu-Lys-Pro-Leu-Glu-Glu-Val-Leu-Asn-Leu-Ala-Gln-Ser-Lys-Asn-Phe-His-Leu-Arg-Pro-Arg-Asp-Leu-Ile-Ser-Asn-Ile-Asn-Val-Ile-Val-Leu-Glu-Leu-Lys-Gly-Ser-Glu-Thr-Thr-Phe-Met-Cys-Glu-Tyr-Ala-Asp-Glu-Thr-Ala-Thr-Ile-Val-Glu-Phe-Leu-Asn-Arg-Trp-Ile-Thr-Phe-Cys-Gln-Ser-Ile-Ile-Ser-Thr-Leu-Thr

$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$：15415.82

[*94218-72-1*]

本品の本質はヒトインターロイキン－2 cDNAの発現により大腸菌で製造される133個のアミノ酸残基からなるたん白質である．

本品は水溶液である．

本品はT－リンパ球活性化作用を有する．

本品は定量するとき1mL当たり0.5～1.5mgのたん白質を含み，たん白質1mg当たり8.0×10^6単位以上を含む．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品1mLに薄めた硫酸銅(Ⅱ)試液(1→10)0.05mLを加えて振り混ぜた後，水酸化カリウム0.9gを加えて振り混ぜる．この液にエタノール(99.5)0.3mLを加えて振り混ぜるとき，エタノール層は紫色を呈する．

（2）　定量法(1)で得た結果に従い，総たん白質として約50μgに対応する量を2本の加水分解管にそれぞれとり，減圧で蒸発乾固する．一方に薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1)100μLを加えて振り混ぜる．この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1)200μLを加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約115℃で24時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02mol/L塩酸試液0.5mLに溶かし試料溶液(1)とする．もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸100μLを加え，1.5時間氷冷下で酸化した後，臭化水素酸50μLを加えて減圧乾固する．水200μLを加えて減圧乾固する操作を2回繰り返した後，この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸(59→125)200μLを加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約115℃で24時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02mol/L塩酸試液0.5mLに溶かし試料溶液(2)とする．別にL－アスパラギン酸60mg，L－グルタミン酸100mg，L－アラニン17mg，L－メチオニン23mg，L－チロジン21mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物24mg，L－トレオニン58mg，L－プロリン22mg，L－システイン14mg，L－イソロイシン45mg，L－フェニルアラニン37mg，塩酸L－アルギニン32mg，L－セリン32mg，グリシン6mg，L－バリン18mg，L－ロイシン109mg，塩酸L－リジン76mg及びL－トリプトファン8mgを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし正確に500mLとする．この液40μLをそれぞれ2本の加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，試料溶液(1)及び試料溶液(2)と同様に操作し標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)250μLから得られた各アミノ酸のピーク面積から，それぞれの試料溶液1mL中に含まれる構成アミノ酸のモル数を求め，更にセルモロイキン1mol中に含まれるロイシンを22個としたときの構成アミノ酸の個数を求めるとき，グルタミン酸(又はグルタミン)は17又は18，トレオニンは11～13，アスパラギン酸(又はアスパラギン)は11又は12，リジンは11，イソロイシンは7又は8，セリンは6～9，フェニルアラニンは6，アラニンは5，プロリンは5又は6，アルギニン及びメチオニンはそれぞれ4，システイン及びバリンはそれぞれ3又は4，チロジン及びヒスチジンはそれぞれ3，グリシンは2及びトリプトファンは1である．

（3）　分子量　定量法(1)で得た結果に従い，1mL中に総たん白質量約0.5mgとなるようにセルモロイキン用緩衝液を加え，試料溶液とする．セルモロイキン用分離ゲル及びセルモロイキン用濃縮ゲルを用いて調製した垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲルに，試料溶液20μL及びセルモロイキン用分子量測定用マーカーたん白質20μLをそれぞれ試料液添加溝に注入し，電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，主泳動帯の分子量は，12500～13800の範囲内である．

（4）　本品100μLにたん白質消化酵素試液100μLを加えて振り混ぜ，37℃で18～24時間放置した後，2－メルカプトエタノール2μLを加える．更に，37℃で30分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液(1→10)5μLを加え，試料溶液とする．別に，液体クロマトグラフィー用セルモロイキンを試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μL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，試料溶液及び標準溶液から得たクロマトグラムにつき比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(17：3)溶液(1→1000)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0～5	100	0
5～45	100 → 60	0 → 40
45～75	60 → 0	40 → 100
75～85	0	100

流量：セルモロイキンの保持時間が約70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：液体クロマトグラフィー用セルモロイキン100μLに2－メルカプトエタノール2μLを加え，37℃に2時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

（5）　本品適量を精密に量り，1mL中に800単位を含むようにセルモロイキン用培養液を加え，試料溶液とする．組織培養用平底マイクロテストプレートの2穴(A及びB)に試料溶液25μLずつを入れ，穴(A)にはセルモロイキン用参照抗インターロイキン－2抗血清試液25μLを，穴(B)にはセルモロイキン用培養液25μLを加える．更に，別の穴(C)にセルモロイキン用培養液50μLを入れる．平底マイクロテストプレートを振り混ぜた後，5%二酸化炭素を含む空気中37℃で30分～2時間保温する．次に，各穴にインターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を含むセルモロイキン用培養液50μLずつを加え，37℃で16～24時間培養する．臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液を加えて37℃で4～6時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液を加えて24～48時間放置した後，各穴の液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により590nmにおける吸光度を測定するとき，Aの穴の液から得られた吸光度とCの穴の液から得られた吸光度の差はBの穴の液から得られた吸光度とCの穴の液から得られた吸光度の差の3%以下である．

ｐＨ〈2.54〉　4.5～5.5

純度試験

（1）　宿主由来たん白質　本品にウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液(以下リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液をPBSと略す)を加えて正確に2倍ずつ段階希釈した液を試料溶液とする．大腸菌由来たん白質(以下ECPと略す)をウシ血清加PBSで1mL当たり0.25～6ngの範囲となるように5段階以上に精密に希釈し，各標準溶液とする．平底マイクロテストプレートの各穴にヤギ抗ECP抗体試液100μLを分注し，4℃で16～24時間放置した後，液を除く．次にPBSで3回洗浄し，次にウシ血清アルブミン加PBS 200μLを加え，室温で3時間以上静置した後，更にPBSで3回洗浄する．試料溶液及び各標準溶液をそれぞれ100μL分注し，4℃で16～24時間静置した後，PBSで5回洗浄する．ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗ECP抗体Fab′試液100μLを加え，室温で4時間以上静置した後，PBSで5回洗浄する．次にセルモロイキン用基質緩衝液100μLを加え，室温，暗所で5～25分間反応させた後，薄めた硫酸(3→25)100μLを加える．これらの平底マイクロテストプレートにつき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長492nmにおける吸光度を測定する．別にウシ血清加PBS 100μLを用い，同様の方法で空試験を行い，補正する．各標準溶液の吸光度を求め，検量線を作成し，試料溶液1mL当たりのECP量を求め，試料溶液の希釈倍数を乗じて，試料中の濃度を求めるとき，たん白質1mg当たりのECP含量は0.02%(0.2μg/mgたん白質)以下である．

（2）　重合体　確認試験(3)の試料溶液をセルモロイキン用試料用緩衝液でたん白質含量として1mL当たり約2～32μgの範囲になるように4段階以上に薄め，各標準溶液とする．試料溶液及び各標準溶液20μLずつを試料添加溝に注入し，垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，各々の泳動帯は青色を呈する．次に，デンシトメーターを用いて各標準溶液から得た泳動帯のピーク面積を求め，先の検量線からたん白質含量を算出し，セルモロイキン単量体以外のセルモロイキンに由来する重合体たん白質量を求めるとき，総たん白質に対して2%以下である．

（3）　類縁物質　本品及びpH5.0の0.01mol/L酢酸塩緩衝液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．本品の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセルモロイキン以外の類縁物質の合計量を求めるとき，5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(3：2)溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(13：7)溶液(1→1000)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0～60	70 → 10	30 → 90

流量：セルモロイキンの保持時間が約50分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセルモロイキンの保持時間の約1.3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品0.5mLを正確に量り，pH5.0の0.01mol/L酢酸塩緩衝液を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たセルモロイキンのピーク面積が本品10μLから得たセルモロイキンのピーク面積の0.9～1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品100μLに2－メルカプトエタノール2μLを加え，37℃で2時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は3.0以上である．

酢酸アンモニウム　本品0.1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし試料溶液とする．別に，塩化アンモニウム約0.1gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，標準原液とする．標準原液3mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μL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，アンモニウムイオンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，本品1mL当たり酢酸アンモニウムを0.28～0.49mg含む．

本品1mL当たりの酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)の量(mg)

$= A_T / A_S \times M_S \times 0.003 \times 1.441$

M_S：塩化アンモニウムの秤取量(mg)
0.003：希釈補正係数
1.4410：塩化アンモニウムの酢酸アンモニウムへの分子量換算係数

試験条件
検出器：電気伝導度検出器
カラム：内径5mm，長さ25cmの樹脂管に5.5μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充てんする．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.1mol/Lメタンスルホン酸試液(3→10)
流量：アンモニウムの保持時間が約8分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：ナトリウム標準原液1mL及びカリウム標準原液0.2mLを正確に量り水を加えて正確に100mLとする．この液5mL及び標準原液3mLを正確に量り，水を加えて正確に5mLとする．この液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，アンモニウム，カリウムの順に溶出し，ナトリウムとアンモニウムの分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

エンドトキシン 〈4.01〉　100EU/mL未満．

無菌 〈4.06〉　直接法により試験を行うとき，適合する．ただし，無菌試験用チオグリコール酸培地I 15mLの入った試験管に本品0.5mLずつ8本，1mLずつ8本及びソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地15mLの入った試験管8本に本品1mLずつ加える．

定量法

（1）　総たん白質含量　本品1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，定量用ウシ血清アルブミン約50mgを精密に量り，1mL中にアルブミン50μg，100μg，150μgを含む液となるように水を加えて標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．試料溶液及び標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)1mLずつを正確に量り，それぞれにたん白質含量試験用アルカリ性銅試液2.5mLを正確に加えて振り混ぜ，15分間放置する．次に水2.5mL及び希フォリン試液0.5mLを正確に加え，37℃で30分間放置する．これらの液につき，水1mLを用いて同様に操作した液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)の吸光度から作成した検量線を用いて，総たん白質量を求める．

（2）　比活性　本品0.1mLを正確に量り，セルモロイキン用培養液0.9mLを正確に加え，試料溶液とする．別に，インターロイキン－2標準品1個をとり，水1mLを正確に加えて溶解し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液をセルモロイキン用培養液で精密に2倍段階希釈し，各希釈液中に1mL当たり3×10^5～5×10^5個のインターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を試料溶液及び標準溶液に対し等容量加える．インターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3とセルモロイキン用培養液を等量混合したものを対照液とする．これらの液を37℃で16～24時間培養する．その後，臭化3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し1／5容量加えて37℃で4～6時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し等容量加えて24～48時間放置し，生成する青色色素を溶出させた後，これらの液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長590nmにおける吸光度を測定する．セルモロイキンとして1mL当たり1000～2000単位を加えた場合の吸光度を100%とし，対照液の吸光度を0%として，50%の吸光度を示すインターロイキン－2標準品の希釈倍数(A)と本品の希釈倍数(B)とを求め，B／A値にインターロイキン－2標準品の単位数を乗じ，本品1mL中の生物学的活性を求める．総たん白質含量試験で求めたたん白質含量に対する生物学的活性の比を算出する．

貯法

保存条件　－20℃以下で保存する．
容器　滅菌した気密容器．

結晶セルロース

Microcrystalline Cellulose

[*9004-34-6*, セルロース]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得たα－セルロースを酸で部分的に解重合し，精製したものである．

◆本品には平均重合度，乾燥減量値及びかさ密度を範囲で表示する．◆

◆性状 本品は白色の結晶性の粉末で，流動性がある．

本品は水，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．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えて加熱するとき，膨潤する．◆

確認試験

（1） 塩化亜鉛20g及びヨウ化カリウム6.5gを水10.5mLに溶かし，ヨウ素0.5gを加えて15分間振り混ぜる．この液2mL中に本品約10mgを時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（2） 本品20gを内径200mmの391号(38μm)のふるいに入れ，減圧吸引型ふるい分け機を用い5分間操作する．ふるい上の残留物の質量が5%以上のときは本品30gに水270mLを加え，又は5%未満のときは本品45gに水255mLを加え，かき混ぜ機を用いて高速度(毎分18000回転以上)で5分間かき混ぜた後，その100mLを100mLのメスシリンダーに入れ，3時間放置するとき，液は白色不透明で，気泡のない分散状を呈し，液の分離を認めない．◆

（3） 本品約1.3gを精密に量り，125mLの三角フラスコに入れ，水25mL及び1mol/L銅エチレンジアミン試液25mLをそれぞれ正確に加える．直ちに窒素を通じ，密栓した後，振とう機を用いて振り混ぜながら溶かす．この液適量を正確に量り25±0.1℃で粘度測定法第1法〈*2.53*〉により，粘度計の概略の定数(K)が0.03の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度νを求める．別に水25mL及び1mol/L銅エチレンジアミン試液25mLをそれぞれ正確に量り，その混液について同様の方法で，粘度計の概略の定数(K)が0.01の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度ν_0を求める．

次式により，本品の相対粘度η_{rel}を求める．

$$\eta_{rel}=\nu/\nu_0$$

次の表により，この相対粘度η_{rel}から極限粘度〔η〕(mL/g)と濃度C(g/100mL)の積〔η〕Cを求め，次式により平均重合度Pを計算するとき，Pは350以下であり，◆かつ表示範囲内◆である．

$$P=95〔\eta〕C/M_T$$

M_T：乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

pH 〈*2.54*〉 本品5.0gに水40mLを加え，20分間振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

◆（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)．◆

（2） **水可溶物** 本品5.0gに水80mLを加え，10分間振り混ぜた後，定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過する．ろ液を質量既知のビーカー中で焦がさないように蒸発乾固した後，105℃で1時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は12.5mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） **ジエチルエーテル可溶物** 本品10.0gを内径約20mmのクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル50mLをこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を105℃で30分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は5.0mg以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

導電率 〈*2.51*〉 pHの項で得られた上澄液を試料溶液とし，◆25±0.1℃◆で試験を行い，試料溶液の導電率を求める．同様に操作し，試料溶液の調製に用いた水の導電率を求める．両者の導電率を比較するとき，その差は75μS・cm^{-1}以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 7.0%以下であり，◆かつ表示範囲内◆(1g，105℃，3時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1%以下◆(2g)◆．

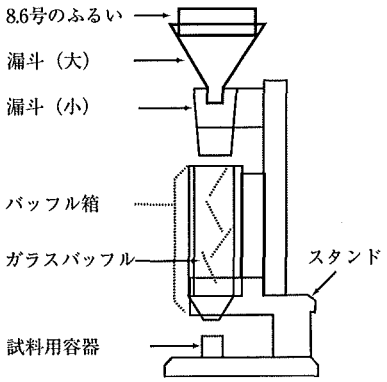
かさ密度

（i） 装置 図に示すボリュームメーターを用いる．ボリュームメーターの最上部には，8.6号(2000μm)のふるいを取り付ける．漏斗は，4つのガラス製バッフル板が付いたバッフル箱の上に取り付けられている．試料を4つのガラス製バッフル板の上を滑り落としながら落下させる．落下した試料は，バッフル箱の底に取り付けられたシュートにより試料用容器に集められる．

（ii） 操作法 あらかじめ，内径30.0±2.0mm，内容積25.0±0.05mLの真鍮製又はステンレス製の試料用容器の質量を精密に量り，ボリュームメーターのシュートの下に置く．ボリュームメーターの漏斗の上縁より5.1cmの高さから，ふるいに本品をその網目を詰まらせないようにゆっくりと加え，ふるわれた試料が試料用容器からあふれ出るまで流し込む．ふるいの網目が詰まったら，ふるいをはずす．試料があふれたら，直ちにスライドガラスを用いて過量分をすり落とした後，その質量を精密に量る．この値から内容物の質量を求め，次式によりかさ密度を求めるとき，その値は表示範囲内である．

$$\text{かさ密度(g/cm}^3)=A/25$$

A：測定された試料の質量(g)



◆**微生物限度** 〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は10^2CFUである．また，大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

相対粘度 η_{rel} から極限粘度との濃度の積 〔η〕C を求める表

	〔η〕C									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
1.1	0.098	0.106	0.115	0.125	0.134	0.143	0.152	0.161	0.170	0.180
1.2	0.189	0.198	0.207	0.216	0.225	0.233	0.242	0.250	0.259	0.268
1.3	0.276	0.285	0.293	0.302	0.310	0.318	0.326	0.334	0.342	0.350
1.4	0.358	0.367	0.375	0.383	0.391	0.399	0.407	0.414	0.422	0.430
1.5	0.437	0.445	0.453	0.460	0.468	0.476	0.484	0.491	0.499	0.507
1.6	0.515	0.522	0.529	0.536	0.544	0.551	0.558	0.566	0.573	0.580
1.7	0.587	0.595	0.602	0.608	0.615	0.622	0.629	0.636	0.642	0.649
1.8	0.656	0.663	0.670	0.677	0.683	0.690	0.697	0.704	0.710	0.717
1.9	0.723	0.730	0.736	0.743	0.749	0.756	0.762	0.769	0.775	0.782
2.0	0.788	0.795	0.802	0.809	0.815	0.821	0.827	0.833	0.840	0.846
2.1	0.852	0.858	0.864	0.870	0.876	0.882	0.888	0.894	0.900	0.906
2.2	0.912	0.918	0.924	0.929	0.935	0.941	0.948	0.953	0.959	0.965
2.3	0.971	0.976	0.983	0.988	0.994	1.000	1.006	1.011	1.017	1.022
2.4	1.028	1.033	1.039	1.044	1.050	1.056	1.061	1.067	1.072	1.078
2.5	1.083	1.089	1.094	1.100	1.105	1.111	1.116	1.121	1.126	1.131
2.6	1.137	1.142	1.147	1.153	1.158	1.163	1.169	1.174	1.179	1.184
2.7	1.190	1.195	1.200	1.205	1.210	1.215	1.220	1.225	1.230	1.235
2.8	1.240	1.245	1.250	1.255	1.260	1.265	1.270	1.275	1.280	1.285
2.9	1.290	1.295	1.300	1.305	1.310	1.314	1.319	1.324	1.329	1.333
3.0	1.338	1.343	1.348	1.352	1.357	1.362	1.367	1.371	1.376	1.381
3.1	1.386	1.390	1.395	1.400	1.405	1.409	1.414	1.418	1.423	1.427
3.2	1.432	1.436	1.441	1.446	1.450	1.455	1.459	1.464	1.468	1.473
3.3	1.477	1.482	1.486	1.491	1.496	1.500	1.504	1.508	1.513	1.517
3.4	1.521	1.525	1.529	1.533	1.537	1.542	1.546	1.550	1.554	1.558
3.5	1.562	1.566	1.570	1.575	1.579	1.583	1.587	1.591	1.595	1.600
3.6	1.604	1.608	1.612	1.617	1.621	1.625	1.629	1.633	1.637	1.642
3.7	1.646	1.650	1.654	1.658	1.662	1.666	1.671	1.675	1.679	1.683
3.8	1.687	1.691	1.695	1.700	1.704	1.708	1.712	1.715	1.719	1.723
3.9	1.727	1.731	1.735	1.739	1.742	1.746	1.750	1.754	1.758	1.762
4.0	1.765	1.769	1.773	1.777	1.781	1.785	1.789	1.792	1.796	1.800
4.1	1.804	1.808	1.811	1.815	1.819	1.822	1.826	1.830	1.833	1.837
4.2	1.841	1.845	1.848	1.852	1.856	1.859	1.863	1.867	1.870	1.874
4.3	1.878	1.882	1.885	1.889	1.893	1.896	1.900	1.904	1.907	1.911
4.4	1.914	1.918	1.921	1.925	1.929	1.932	1.936	1.939	1.943	1.946
4.5	1.950	1.954	1.957	1.961	1.964	1.968	1.971	1.975	1.979	1.982
4.6	1.986	1.989	1.993	1.996	2.000	2.003	2.007	2.010	2.013	2.017
4.7	2.020	2.023	2.027	2.030	2.033	2.037	2.040	2.043	2.047	2.050
4.8	2.053	2.057	2.060	2.063	2.067	2.070	2.073	2.077	2.080	2.083
4.9	2.087	2.090	2.093	2.097	2.100	2.103	2.107	2.110	2.113	2.116
5.0	2.119	2.122	2.125	2.219	2.132	2.135	2.139	2.142	2.145	2.148
5.1	2.151	2.154	2.158	2.160	2.164	2.167	2.170	2.173	2.176	2.180
5.2	2.183	2.186	2.190	2.192	2.195	2.197	2.200	2.203	2.206	2.209
5.3	2.212	2.215	2.218	2.221	2.224	2.227	2.230	2.233	2.236	2.240
5.4	2.243	2.246	2.249	2.252	2.255	2.258	2.261	2.264	2.267	2.270
5.5	2.273	2.276	2.279	2.282	2.285	2.288	2.291	2.294	2.297	2.300
5.6	2.303	2.306	2.309	2.312	2.315	2.318	2.320	2.324	2.326	2.329
5.7	2.332	2.335	2.338	2.341	2.344	2.347	2.350	2.353	2.355	2.358
5.8	2.361	2.364	2.367	2.370	2.373	2.376	2.379	2.382	2.384	2.387
5.9	2.390	2.393	2.396	2.400	2.403	2.405	2.408	2.411	2.414	2.417
6.0	2.419	2.422	2.425	2.428	2.431	2.433	2.436	2.439	2.442	2.444
6.1	2.447	2.450	2.453	2.456	2.458	2.461	2.464	2.467	2.470	2.472
6.2	2.475	2.478	2.481	2.483	2.486	2.489	2.492	2.494	2.497	2.500
6.3	2.503	2.505	2.508	2.511	2.513	2.516	2.518	2.521	2.524	2.526
6.4	2.529	2.532	2.534	2.537	2.540	2.542	2.545	2.547	2.550	2.553
6.5	2.555	2.558	2.561	2.563	2.566	2.568	2.571	2.574	2.576	2.579
6.6	2.581	2.584	2.587	2.590	2.592	2.595	2.597	2.600	2.603	2.605
6.7	2.608	2.610	2.613	2.615	2.618	2.620	2.623	2.625	2.627	2.630
6.8	2.633	2.635	2.637	2.640	2.643	2.645	2.648	2.650	2.653	2.655
6.9	2.658	2.660	2.663	2.665	2.668	2.670	2.673	2.675	2.678	2.680
7.0	2.683	2.685	2.687	2.690	2.693	2.695	2.698	2.700	2.702	2.705
7.1	2.707	2.710	2.712	2.714	2.717	2.719	2.721	2.724	2.726	2.729
7.2	2.731	2.733	2.736	2.738	2.740	2.743	2.745	2.748	2.750	2.752
7.3	2.755	2.757	2.760	2.762	2.764	2.767	2.769	2.771	2.774	2.776
7.4	2.779	2.781	2.783	2.786	2.788	2.790	2.793	2.795	2.798	2.800
7.5	2.802	2.805	2.807	2.809	2.812	2.814	2.816	2.819	2.821	2.823
7.6	2.826	2.828	2.830	2.833	2.835	2.837	2.840	2.842	2.844	2.847
7.7	2.849	2.851	2.854	2.856	2.858	2.860	2.863	2.865	2.868	2.870
7.8	2.873	2.875	2.877	2.879	2.881	2.884	2.887	2.889	2.891	2.893
7.9	2.895	2.898	2.900	2.902	2.905	2.907	2.909	2.911	2.913	2.915
8.0	2.918	2.920	2.922	2.924	2.926	2.928	2.931	2.933	2.935	2.937
8.1	2.939	2.942	2.944	2.946	2.948	2.950	2.952	2.955	2.957	2.959
8.2	2.961	2.963	2.966	2.968	2.970	2.972	2.974	2.976	2.979	2.981
8.3	2.983	2.985	2.987	2.990	2.992	2.994	2.996	2.998	3.000	3.002
8.4	3.004	3.006	3.008	3.010	3.012	3.015	3.017	3.019	3.021	3.023
8.5	3.025	3.027	3.029	3.031	3.033	3.035	3.037	3.040	3.042	3.044
8.6	3.046	3.048	3.050	3.052	3.054	3.056	3.058	3.060	6.062	3.064
8.7	3.067	3.069	3.071	3.073	3.075	3.077	3.079	3.081	3.083	3.085
8.8	3.087	3.089	3.092	3.094	3.096	3.098	3.100	3.102	3.104	3.106
8.9	3.108	3.110	3.112	3.114	3.116	3.118	3.120	3.122	3.124	3.126
9.0	3.128	3.130	3.132	3.134	3.136	3.138	3.140	3.142	3.144	3.146
9.1	3.148	3.150	3.152	3.154	3.156	3.158	3.160	3.162	3.164	3.166
9.2	3.168	3.170	3.172	3.174	3.176	3.178	3.180	3.182	3.184	3.186
9.3	3.188	3.190	3.192	3.194	3.196	3.198	3.200	3.202	3.204	3.206
9.4	3.208	3.210	3.212	3.214	3.215	3.217	3.219	3.221	3.223	3.225
9.5	3.227	3.229	3.231	3.233	3.235	3.237	3.239	3.241	3.242	3.244
9.6	3.246	3.248	3.250	3.252	3.254	3.256	3.258	3.260	3.262	3.264
9.7	3.266	3.268	3.269	3.271	3.273	3.275	3.277	3.279	3.281	3.283
9.8	3.285	3.287	3.289	3.291	3.293	3.295	3.297	3.298	3.300	3.302

相対粘度η_{rel}から極限粘度との濃度の積〔η〕Cを求める表

	〔η〕C									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
9.9	3.304	3.305	3.307	3.309	3.311	3.313	3.316	3.318	3.320	3.321
	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	3.32	3.34	3.36	3.37	3.39	3.41	3.43	3.45	3.46	3.48
11	3.50	3.52	3.53	3.55	3.56	3.58	3.60	3.61	3.63	3.64
12	3.66	3.68	3.69	3.71	3.72	3.74	3.76	3.77	3.79	3.80
13	3.80	3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.90	3.92	3.93	3.95
14	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.04	4.06	4.07	4.09
15	4.10	4.11	4.13	4.14	4.15	4.17	4.18	4.19	4.20	4.22
16	4.23	4.24	4.25	4.27	4.28	4.29	4.30	4.31	4.33	4.34
17	4.35	4.36	4.37	4.38	4.39	4.41	4.42	4.43	4.44	4.45
18	4.46	4.47	4.48	4.49	4.50	4.52	4.53	4.54	4.55	4.56
19	4.57	4.58	4.59	4.60	4.61	4.62	4.63	4.64	4.65	4.66

5 0867

粉末セルロース

Powdered Cellulose

[*9004-34-6*, セルロース]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得たα－セルロースを，◆必要に応じて，部分的加水分解などの◆処理を行った後，精製し，機械的に粉砕したものである．

本品には平均重合度を範囲で表示する．

◆**性状** 本品は白色の粉末である．

本品は水，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．◆

確認試験

（1） 塩化亜鉛20g及びヨウ化カリウム6.5gを水10.5mLに溶かし，ヨウ素0.5gを加えて15分間振り混ぜる．この液2mL中に本品約10mgを時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（2） 本品30gに水270mLを加え，かき混ぜ機を用いて高速度(毎分18000回転以上)で5分間かき混ぜた後，その100mLを100mLのメスシリンダーに入れ，1時間放置するとき，液は分離し，上澄液と沈殿を生じる．◆

（3） 本品約0.25gを精密に量り，125mLの三角フラスコに入れ，水25mL及び1mol/L銅エチレンジアミン試液25mLをそれぞれ正確に加える．以下「結晶セルロース」の確認試験(3)を準用して試験を行うとき，平均重合度*P*は440より大きく，かつ表示範囲内である．

ｐＨ 〈*2.54*〉 本品10gに水90mLを加え，時々振り混ぜながら，1時間放置するとき，上澄液のpHは5.0～7.5である．

純度試験

◆（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)．◆

（2） **水可溶物** 本品6.0gに新たに煮沸して冷却した水90mLを加え，10分間時々振り混ぜた後，ろ紙を用いて吸引ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を必要ならば再び同じろ紙を用いて吸引ろ過し，澄明なろ液15.0mLを質量既知の蒸発皿にとる．内容物を焦がさないように蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，その量は15.0mg以下である(1.5%)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） **ジエチルエーテル可溶物** 本品10.0gを内径約20mmのクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル50mLをこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を105℃で30分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は15.0mg以下である(0.15%)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

乾燥減量 〈*2.41*〉 6.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.3%以下(1g，乾燥物換算)．

◆**微生物限度** 〈*4.05*〉 本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3CFU，総真菌数の許容基準は10^2CFUである．また，大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆**貯法** 容器 気密容器．◆

ソルビタンセスキオレイン酸エステル

Sorbitan Sesquioleate

セスキオレイン酸ソルビタン

　本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもので，モノエステル及びジエステルの混合物である．

性状　本品は微黄色～淡黄褐色粘性の油状の液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦い．

　本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくい．

　本品は水に微細な油滴状となって分散する．

確認試験

（1）　本品0.5gにエタノール(95)5mL及び希硫酸5mLを加え，水浴上で30分間加熱する．冷後，石油エーテル5mLを加えて振り混ぜ，静置した後，上層及び下層を分取する．下層2mLに新たに製したカテコール溶液(1→10)2mLを加えて振り混ぜ，更に硫酸5mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤色～赤褐色を呈する．

（2）　(1)の上層を水浴上で加熱して石油エーテルを蒸発する．残留物に薄めた硝酸(1→2)2mLを加え，30～35℃でかき混ぜながら亜硝酸カリウム0.5gを加えるとき，液は白濁し，これを冷却するとき，結晶が析出する．

比重 〈*1.13*〉　d_{25}^{25}：0.960～1.020

けん化価 〈*1.13*〉　150～168

純度試験

（1）　酸　本品2.0gに中和エタノール50mLを加え，水浴上で1～2回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液4.3mL及びフェノールフタレイン試液5滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（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)．

（3）　ヒ素 〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

水分 〈*2.48*〉　3.0%以下(1g，定量滴定法，直接滴定，30分間かき混ぜる)．

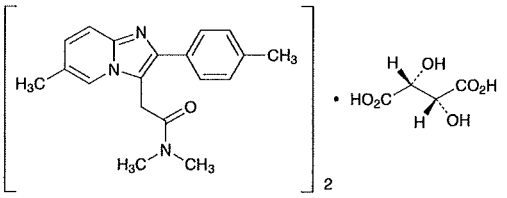
強熱残分 〈*2.44*〉　1.0%以下(1g)．

貯法　容器　気密容器．

ゾルピデム酒石酸塩

Zolpidem Tartrate

酒石酸ゾルピデム



$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$：764.87

N,*N*,6-Trimethyl-2-(4-methylphenyl)imidazo[1,2-*a*]pyridine-3-acetamide hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

[*99294-93-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に黄色となる．

旋光度　$[\alpha]_D^{20}$：約＋1.8°(1g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，20mL，100mm)．

確認試験

（1）　本品50mgを酢酸(100)5mLに溶かし，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品のメタノール溶液(1→10)は酒石酸塩の定性反応(3)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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)．

（2）　類縁物質　本品10mgをメタノール20mL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2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゾルピデム以外のピークの面積は，標準溶液のゾルピデムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ7.5cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸4.9gに水1000mLを加えた後，トリエチルアミンを加えてpH5.5に調整した液11容量にメタノール5容量及びアセトニトリル4容量を加える．

流量：ゾルピデムの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：ゾルピデムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ベンジル10mgずつをメタノール100mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゾルピデム，パラオキシ安息香酸ベンジルの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ゾルピデムのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝38.24mg $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ゾルピデム酒石酸塩錠

Zolpidem Tartrate Tablets

酒石酸ゾルピデム錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$：764.87]を含む．

製法 本品は「ゾルピデム酒石酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えて30分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，表示量に従い「ゾルピデム酒石酸塩」1mgに対応する容量のろ液をとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長235～239nm及び292～296nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液V／10 mLを加えて15分間振り混ぜ，錠剤を崩壊させる．次にメタノール2V／5 mLを加え，更に内標準溶液V／10 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，1mL中にゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約0.1mgを含む液となるようにメタノールを加えてV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，内標準溶液25mLを正確に加えた後，メタノールを加えて250mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$

M_S：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約2.8μgを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液25mLを正確に量り，溶出試験第2液を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，薄めた溶出試験第2液(1→2)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長242nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 4$

M_S：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の表示量(mg)

定量法 本品20個をとり，0.1mol/L塩酸試液V／10 mLを加えて15分間振り混ぜ，錠剤を崩壊させる．次にメタノール2V／5 mLを加え，更に内標準溶液V／10 mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，1mL中にゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]約1mgを含む液となるようにメタノールを加えて$V$ mLとする．この液を遠心分離し，上澄液1mLにメタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液25mLに溶かし，内標準溶液2.5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて250mLとし，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ゾルピデムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のゾルピデム酒石酸塩[$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$]の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸4.9gに水1000mLを加えた後，トリエチルアミンを加えてpH5.5に調整する．この液550mLにメタノール250mL及びアセトニトリル200mLを加える．

流量：ゾルピデムの保持時間が約5分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ゾルピデム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は9以上である．

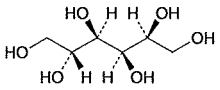
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するゾルピデムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

Dーソルビトール

D-Sorbitol

Dーソルビット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D-Glucitol

[*50-70-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Dーソルビトール($C_6H_{14}O_6$)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粒，粉末又は結晶性の塊で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(7→10)1mLに硫酸鉄(Ⅱ)試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2）　本品の水溶液(1→20)1mLに，新たに製したカテコール溶液(1→10)1mLを加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸2mLを加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

（3）　本品0.5gに無水酢酸10mL及びピリジン1mLを加え，還流冷却器を付けて10分間煮沸した後，冷却し，水25mLを加えて振り混ぜ，冷所に放置する．この液を分液漏斗に移し，クロロホルム30mLを加えて抽出する．抽出液を水浴上で蒸発し，油状の残留物に水80mLを加え，水浴上で10分間加熱し，熱時ろ過する．冷後，生じた沈殿をガラスろ過器(G3)を用いてろ取し，水で洗い，エタノール(95)から1回再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥するとき，その融点は97～101℃である．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品5gを水20mLに振り混ぜながら加温して溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品4.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下)．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0g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2.5mLを加える(5ppm以下)．

（5）　ニッケル　本品0.5gを水5mLに溶かし，ジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下)．

（7）　ブドウ糖　本品20.0gを水25mLに溶かし，フェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．冷後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯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，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は6.3mL以下である．

（8）　糖類　本品20.0gを水25mLに溶かし，希塩酸8mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液2滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて100mLとする．この液10mLをとり，水10mL及びフェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．以下(7)を準用する．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，80℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.02%以下(5g)．

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，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム2.5gを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，遊離したヨウ素を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3mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.822mg $C_6H_{14}O_6$

貯法　容器　気密容器．

D－ソルビトール液

D-Sorbitol Solution

D－ソルビット液

本品は定量するとき，表示量の97.0～103.0%に対応するD－ソルビトール($C_6H_{14}O_6$：182.17)を含む．

性状　本品は無色澄明の液で，においはなく，味は甘い．

本品は水，エタノール(95)，グリセリン又はプロピレングリコールと混和する．

本品は結晶性の塊を析出することがある．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」0.7gに対応する容量をとり，硫酸鉄(Ⅱ)試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2）　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」1gに対応する容量をとり，水を加えて20mLとした液1mLに，新たに製したカテコール溶液(1→10)1mLを加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸2mLを加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

純度試験

（1）　液性　本品は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」2.0gに対応する容量をとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.005%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」4.0gに対応する容量をとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.006%以下)．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」5.0gに対応する容量をとり，第1法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以下)．

（5）　ニッケル　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」0.5gに対応する容量をとり，ジメチルグリオキシム試液3滴及びアンモニア試液3滴を加えて5分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」1.5gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して5mLとし，冷後，これを検液とし，試験を行う(1.3ppm以下)．

（7）　ブドウ糖　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」20.0gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して40mLとし，フェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．冷後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯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，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は6.3mL以下である．

（8）　糖類　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」20.0gに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して40mLとし，希塩酸8mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液2滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて100mLとする．この液10mLをとり，水10mL及びフェーリング試液40mLを加え，3分間穏やかに煮沸する．以下(7)を準用する．

強熱残分〈*2.44*〉　本品の表示量に従い「D－ソルビトール」5gに対応する容量を正確に量り，硫酸3～4滴を加え，穏やかに加熱して蒸発させた後，点火して燃焼させ，冷後，残留物につき試験を行うとき，1mg以下である．

定量法　本品のD－ソルビトール($C_6H_{14}O_6$)約5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に250mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム2.5gを加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，遊離したヨウ素を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3mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL＝1.822mg $C_6H_{14}O_6$

貯法　容器　気密容器．

ダイズ油

Soybean Oil

OLEUM SOJAE

本品はダイズ*Glycine max* Merrill (*Leguminosae*)の種子から得た脂肪油である．

性状 本品は微黄色澄明の油で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は−10〜−17℃で凝固する．

脂肪酸の凝固点：22〜27℃

比重 〈*1.13*〉 d_{25}^{25}：0.916〜0.922

酸価 〈*1.13*〉 0.2以下．

けん化価 〈*1.13*〉 188〜195

不けん化物 〈*1.13*〉 1.0%以下．

ヨウ素価 〈*1.13*〉 126〜140

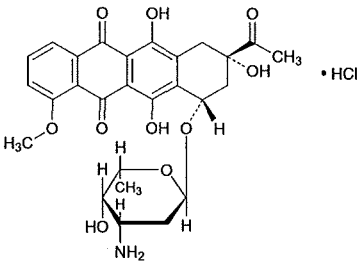
貯法 容器 気密容器．

5 0874

ダウノルビシン塩酸塩

Daunorubicin Hydrochloride

塩酸ダウノルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl：563.98

(2*S*,4*S*)-2-Acetyl-4-(3-amino-2,3,6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

[*23541-50-6*]

本品は，*Streptomyces peucetius*の培養によって得られる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ある．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり940～1050μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ダウノルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は赤色の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダウノルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋250～＋275°(乾燥物に換算したもの15mg，メタノール，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.15gを水30mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品10mgをメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に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／メタノール／水／酢酸(100)混液(15：5：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これを肉眼で観察するとき，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*〉　7.5%以下(0.1g，減圧・0.67kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　本品及びダウノルビシン塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液4mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて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ダウノルビシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ダウノルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：ダウノルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2－ナフタレンスルホン酸の移動相溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(31：19)にリン酸を加えてpH2.2に調整する．

流量：ダウノルビシンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ダウノルビシンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

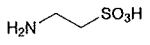
システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

タウリン

Taurine

アミノエチルスルホン酸



$C_2H_7NO_3S$: 125.15

2-Aminoethanesulfonic acid

[*107-35-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タウリン($C_2H_7NO_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶，若しくは白色の結晶性の粉末である．

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．

本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは4.1～5.6である．

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

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

（4）　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)．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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(10ppm以下)．

（6）　鉄〈*1.10*〉　本品2.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（7）　類縁物質　本品1.0gを水50mL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とする．この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に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スポットする．次に水／エタノール(99.5)／1－ブタノール／酢酸(100)混液(150：150：100：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧し，105℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは1個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

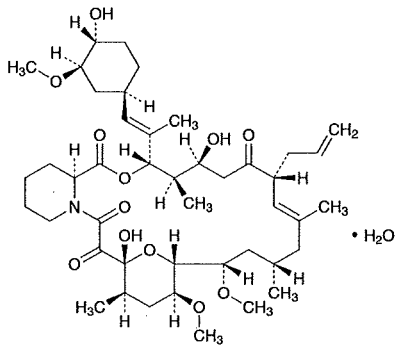
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水50mLに溶かし，ホルムアルデヒド液5mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.52mg $C_2H_7NO_3S$

貯法　容器　密閉容器．

タクロリムス水和物

Tacrolimus Hydrate



$C_{44}H_{69}NO_{12} \cdot H_2O$：822.03

(3*S*,4*R*,5*S*,8*R*,9*E*,12*S*,14*S*,15*R*,16*S*,18*R*,19*R*,26a*S*)-5,19-Dihydroxy-3-{(1*E*)-2-[(1*R*,3*R*,4*R*)-4-hydroxy-3-methoxycyclohexyl]-1-methylethenyl}-14,16-dimethoxy-4,10,12,18-tetramethyl-8-(prop-2-en-1-yl)-15,19-epoxy-5,6,8,11,12,13,14,15,16,17,18,19,24,25,26,26a-hexadecahydro-3*H*-pyrido[2,1-*c*][1,4]oxaazacyclotricosine-1,7,20,21(4*H*,23*H*)-tetrone monohydrate

[*109581-93-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，タクロリムス($C_{44}H_{69}NO_{12}$：804.02)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5mgをエタノール(95)1mLに溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液1mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタクロリムス標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：－112～－117°(脱水物に換算したもの0.2g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，20mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　1.9～2.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

異性体　別に規定する．

定量法　本品及びタクロリムス標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)15mLに溶かし，内標準溶液10mLずつを正確に加えた後，水25mLを加えて6時間放置し，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するタクロリムスのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

タクロリムス($C_{44}H_{69}NO_{12}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したタクロリムス標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ヘプチルのエタノール(99.5)溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：水／液体クロマトグラフィー用2-プロパノール／液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン混液(5：2：2)

流量：タクロリムスの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

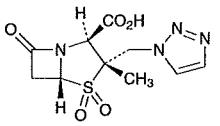
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，タクロリムス，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するタクロリムスのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

タゾバクタム

Tazobactam



$C_{10}H_{12}N_4O_5S$：300.29

(2*S*,3*S*,5*R*)-3-Methyl-7-oxo-3-(1*H*-1,2,3-triazol-1-ylmethyl)-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid 4,4-dioxide

[*89786-04-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり980～1020μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，タゾバクタム($C_{10}H_{12}N_4O_5S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシド又は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は炭酸水素ナトリウム溶液(3→100)に溶ける．

確認試験

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

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→35)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.3ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 7.8ppm付近及びδ 8.1ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋162～＋167°(脱水物に換算したもの1g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，100mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを炭酸水素ナトリウム溶液(3→100)10mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.14以下である．

（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1.0mLを加える(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は速やかに行う．本品50mgを移動相20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタゾバクタムに対する相対保持時間約0.17のピーク面積は標準溶液(1)のタゾバクタムのピーク面積の4／5より大きくなく，試料溶液のタゾバクタム及びタゾバクタムに対する相対保持時間約0.17のピーク以外のピークの面積は，標準溶液(2)のタゾバクタムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のタゾバクタム及びタゾバクタムに対する相対保持時間約0.17のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液(2)のタゾバクタムのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：タゾバクタムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液(1)1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液50μLから得たタゾバクタムのピーク面積が標準溶液(1)のタゾバクタムのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液(1)50μLにつき，上記の条件で操作するとき，タゾバクタムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，0.8～1.2である．

システムの再現性：標準溶液(1)50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タゾバクタムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.04EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びタゾバクタム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，水を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するタゾバクタムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

タゾバクタム($C_{10}H_{12}N_4O_5S$)の量[μg(力価)]

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

M_S：タゾバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　フェニルアラニン溶液(1→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム1.32gを水750mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.5に調整した後，水を加えて1000mLとし，アセトニトリル25mLを加える．

流量：タゾバクタムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，タゾバクタムの順に溶出し，その分離度は4以上である．

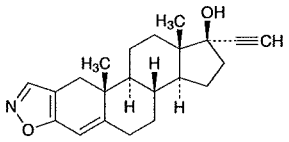
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するタゾバクタムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

有効期間　製造後24箇月．

ダナゾール

Danazol



$C_{22}H_{27}NO_2$：337.46

17α-Pregna-2,4-dien-20-yno[2,3-*d*]isoxazol-17-ol

[*17230-88-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ダナゾール($C_{22}H_{27}NO_2$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約225℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダナゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋8～＋11°(乾燥後，0.25g，エタノール(99.5)，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水80mLを加えてよく振り混ぜ，5分間煮沸する．冷後，水を加えて100mLとし，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過する．初めのろ液30mLを除き，次のろ液40mL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0.25mLを加える(0.011%以下)．

（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)．

（3）　類縁物質　本品0.20gをアセトン4mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mL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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／酢酸エチル混液(3：2)を展開溶媒として約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及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びダナゾール標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(95)に溶かし，正確に50mLとする．これらの液2mLずつを正確に量り，それぞれにエタノール(95)を加えて正確に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につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長285nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

$$\text{ダナゾール}(C_{22}H_{27}NO_2)\text{の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

M_S：ダナゾール標準品の秤取量(mg)

貯法

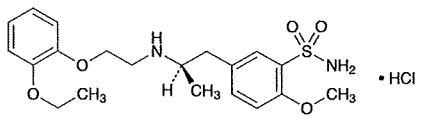
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

タムスロシン塩酸塩

Tamsulosin Hydrochloride

塩酸タムスロシン



$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$：444.97

5-{(2*R*)-2-[2-(2-Ethoxyphenoxy)ethylamino]propyl}-2-methoxybenzenesulfonamide monohydrochloride

[*106463-17-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶である．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

融点：約230℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→160000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(3→400)5mLを氷冷後，希硝酸3mLを加えてよく振り混ぜ，室温で30分放置した後，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－17.5～－20.5°(乾燥後，0.15g，水，加温，冷後，20mL，100mm)．

純度試験

（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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質

（i）　本品50mgを移動相10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸4.4mL及び水酸化ナトリウム1.5gを水950mLに溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.0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を加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からタムスロシンの溶出終了までの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及びパラオキシ安息香酸プロピル10mgを移動相20mLに溶かす．この液2mLを量り，移動相を加えて20mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，タムスロシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は12以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（ii）　類縁物質(i)の試料溶液及び標準溶液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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は類縁物質(i)の試験条件を準用する．

移動相：過塩素酸4.4mL及び水酸化ナトリウム1.5gを水950mLに溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてpHを2.0に調整し，水を加えて1000mLとする．この液に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1000mLを加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約2.5分になるように調整する．

面積測定範囲：タムスロシンのピークの後からタムスロシンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は類縁物質(i)のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，類縁物質(i)の移動相を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の1.4～2.6%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.7gを精密に量り，ギ酸5mL

に溶かし，酢酸(100)／無水酢酸混液(3：2)75mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.50mg $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

タムスロシン塩酸塩徐放錠

Tamsulosin Hydrochloride Extended-release Tablets

塩酸タムスロシン徐放錠

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するタムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl：444.97)を含む．

製法　本品は「タムスロシン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「タムスロシン塩酸塩」1mgに対応する量をとり，直径約5mmの磁製ボール約5gを入れ，0.2mol/L水酸化ナトリウム試液20mLを加え，50℃で10分間加温した後，15分間激しく振り混ぜる．アセトニトリル7mLを加え，軽く振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，塩化ナトリウム2.5g及び酢酸エチル5mLを加え，5分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，50℃の水浴中で減圧留去し，残留物を水20mLに溶かし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長222～226nm及び278～282nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，直径約5mmの磁製ボール約5gを入れ，水5mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．水酸化ナトリウム溶液(1→500)20mLを加え，50℃で10分間加温した後，30分間激しく振り混ぜる．この液にアセトニトリル10mL及び0.2mol/L塩酸試液5mLを加える．この液にタムスロシン塩酸塩0.1mg当たり内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，軽く振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液VmLをとり，1mL中にタムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)約2μgを含む液となるように移動相を加えてV'mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V' / V \times 1/100$

M_S：定量用タムスロシン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→25000)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)約0.1mgに対応する量を精密に量り，直径約5mmの磁製ボール約5gを入れ，水5mLを加え，振り混ぜた後，水酸化ナトリウム溶液(1→500)20mLを加え，50℃で10分間加温した後，30分間激しく振り混ぜる．この液にアセトニトリル10mL及び0.2mol/L塩酸試液5mLを加える．この液に内標準溶液5mLを正確に加え，移動相5mLを加えて軽く振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用タムスロシン塩酸塩を105℃で2時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するタムスロシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

タムスロシン塩酸塩($C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/100$

M_S：定量用タムスロシン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸4.4mL及び水酸化ナトリウム1.5gを水950mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.0に調整した後，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を加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，タムスロシンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

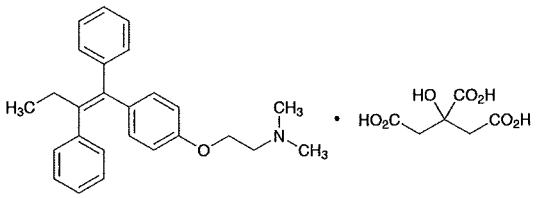
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するタムスロシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

タモキシフェンクエン酸塩

Tamoxifen Citrate

クエン酸タモキシフェン



$C_{26}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$：563.64

2-{4-[(1*Z*)-1,2-Diphenylbut-1-en-1-yl]phenoxy}-*N*,*N*-dimethylethylamine monocitrate

[*54965-24-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，タモキシフェンクエン酸塩($C_{26}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→100)は，クエン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品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)．

（2）　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品15mgを量り，移動相10mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタモキシフェン以外のピークの面積は，標準溶液のタモキシフェンのピーク面積の3／10より大きくない．また，試料溶液のタモキシフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のタモキシフェンのピーク面積の4／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：*N*,*N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン4.8gを水1000mLに溶かした液及びリン酸二水素ナトリウム二水和物0.9gを水1000mLに溶かした液を混合し，リン酸を加えてpH3.0に調整した液600mLにアセトニトリル400mLを加える．

流量：タモキシフェンの保持時間が約21分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からタモキシフェンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液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から得たタモキシフェンのピーク面積が，標準溶液のタモキシフェンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，タモキシフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，タモキシフェンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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1gを精密に量り，酢酸(100)150mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝56.36mg $C_{26}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

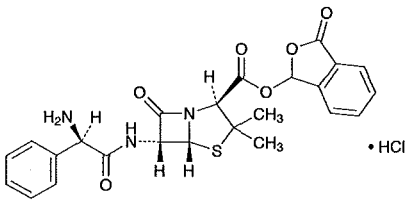
容器　密閉容器．

タランピシリン塩酸塩

Talampicillin Hydrochloride

塩酸アンピシリンフタリジル

塩酸タランピシリン



$C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$：517.98

3-Oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1-yl(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*47747-56-8*]

本品はアンピシリンのフタリジルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり600～700μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→30)1mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加え，振り混ぜて5分間放置した後，希硫酸2mL及び2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液2～3滴を加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタランピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液(1→300)10mLに希硝酸1mLを加えた後，硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋151～＋171°(脱水物に換算したもの0.2g，エタノール(99.5)，20mL，100mm)．

純度試験

（1） 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)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品50mgをエタノール(99.5)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．この液1mL，2mL及び3mLを正確に量り，それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にテトラヒドロフラン／酢酸エチル／水／エタノール(95)混液(4：4：2：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール(99.5)溶液(1→500)を均等に噴霧し，110℃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(3)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たスポットと比較して総量を求めるとき，5%以下である．

（4） 2－ホルミル安息香酸 本品50mgをエタノール(99.5)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に2－ホルミル安息香酸10mgをエタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)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10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／酢酸(100)混液(4：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに2,4－ジニトロフェニルヒドラジンの薄めた硫酸(6→25)溶液(1→500)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た2－ホルミル安息香酸のスポットは，標準溶液から得た2－ホルミル安息香酸のスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉 3.0%以下(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法 本品及びタランピシリン塩酸塩標準品約20mg(力価)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20mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．標準溶液は用時調製する．試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれを別々の100mLの共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液2.0mLずつを加えて正確に15分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸(1→10)2.0mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，更に正確に15分間放置した後，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．必要ならば，デンプン試液0.2～0.5mLを加える．別に試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量り，それぞれを別々の100mLの共栓フラスコに入れ，それぞれに0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え，0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉し，補正する．必要ならば，デンプン試液0.2～0.5mLを加える．試料溶液及び標準溶液の消費した0.005mol/Lヨウ素液の量(mL)をそれぞれV_T及びV_Sとする．

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times V_T / V_S \times 1000$

M_S：タランピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法 容器 気密容器．

タルク

Talc

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は粉砕，選別した天然含水ケイ酸マグネシウムである．純粋なタルクは$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$：379.27である．本品は，主としてクロライト(含水ケイ酸アルミニウムマグネシウム)，マグネサイト(炭酸マグネシウム)，カルサイト(炭酸カルシウム)及びドロマイト(炭酸カルシウムマグネシウム)からなる関連鉱物を含むことがある．

本品はアスベストを含まない．

本品は定量するとき，マグネシウム(Mg：24.31)17.0～19.5%を含む．

◆**性状** 本品は白色～灰白色の微細な結晶性の粉末である．

本品はなめらかな触感があり，皮膚につきやすい．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数3680cm^{-1}，1018cm^{-1}及び669cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験

(1) 酸及びアルカリ 本品2.5gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，還流冷却器を付けて加熱する．吸引ろ過し，ろ液10mLにブロモチモールブルー・エタノール性水酸化ナトリウム試液0.1mLを加え，液の色が変わるまで0.01mol/L塩酸を加えるとき，その量は0.4mL以下である．ろ液10mLにフェノールフタレイン試液0.1mLを加え，液の色が淡赤色に変わるまで0.01mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.3mL以下である．

◆(2) 酸可溶物 本品約1gを精密に量り，希塩酸20mLを加え，50℃で15分間かき混ぜながら加温し，冷後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離し，この液25mLをとり，希硫酸1mLを加えて蒸発乾固し，800±25℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は2.0%以下である．◆

◆(3) 水可溶物 本品10.0gに水50mLを加え，質量を量り，蒸発する水を補いながら30分間煮沸し，冷後，水を加えて初めの質量とし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離する．ろ液20mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は4.0mg以下である．◆

(4) 鉄 本品約10gを精密に量り，0.5mol/L塩酸試液50mLを穏やかにかき混ぜながら加えた後，還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する．冷後，内容物をビーカーに移し，不溶物を沈殿させる．沈殿物をなるべくビーカーに残すようにして上澄液を定量分析用ろ紙(5種B)でろ過し，沈殿物とビーカーを熱湯10mLで3回洗い，更にろ紙を熱湯15mLで洗い，それぞれの洗液をろ液に合わせ，冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料原液とする．この液2.5mLを正確に量り，0.5mol/L塩酸試液50mL及び水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に0.5mol/L塩酸試液50mLに原子吸光光度用鉄標準液2mL，2.5mL，3mL及び4mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて鉄の含量を求めるとき，0.25%以下である．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：鉄中空陰極ランプ

波長：248.3nm

(5) アルミニウム 定量法の試料原液5mLを正確に量り，塩化セシウム試液10mL及び塩酸10mLを加えた後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩酸10mL及び塩化セシウム試液10mLをとり，原子吸光光度用アルミニウム標準液5mL，10mL，15mL及び20mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてアルミニウムの含量を求めるとき，2.0%以下である．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 亜酸化窒素

ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.3nm

(6) 鉛 (4)の試料原液を試料溶液とする．別に0.5mol/L塩酸試液50mLに鉛標準液5mL，7.5mL，10mL及び12.5mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて鉛の含量を求めるとき，10ppm以下である．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：217.0nm

(7) カルシウム 定量法の試料原液5mLを正確に量り，塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLを加え，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLをとり，カルシウム標準液1mL，2mL，3mL及び5mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてカルシウムの含量を求めるとき，0.9%以下である．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 亜酸化窒素

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7nm

◆(8) ヒ素〈1.11〉 本品0.5gに希硫酸5mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，ろ過し，初め希硫酸5mL，次に水10mLで洗い，ろ液

及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発して5mLとする．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下)．◆

強熱減量 〈2.43〉 7.0%以下(1g，1050～1100℃，恒量)．

定量法 本品約0.5gをポリテトラフルオロエチレン製の皿に精密に量り，塩酸5mL，硝酸5mL及び過塩素酸5mLを加えた後，穏やかにかき混ぜながらフッ化水素酸35mLを加え，ホットプレート上でゆっくり加熱し，蒸発乾固する．残留物に塩酸5mLを加え，時計皿をかぶせ，沸騰するまで加熱する．冷後，水で時計皿及びポリテトラフルオロエチレン製の皿を洗いながらメスフラスコに移し，更にポリテトラフルオロエチレン製の皿を水で洗い，洗液を合わせ，水で正確に50mLとし，試料原液とする．この液0.5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLを加えた後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に塩酸10mL及び塩化ランタン試液10mLをとり，原子吸光光度用マグネシウム標準液2.5mL，3mL，4mL及び5mLを各々正確に加え，水を加えて各々正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法 〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてマグネシウムの含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：マグネシウム中空陰極ランプ

波長：285.2nm

◆貯法 容器　密閉容器◆

炭酸カリウム

Potassium Carbonate

K_2CO_3 : 138.21

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カリウム(K_2CO_3)99.0%以上を含む．

性状 本品は白色の粒又は粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液(1→10)はカリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mL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に水2mL及び希塩酸6mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸6mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3） ナトリウム 本品1.0gを水20mLに溶かし，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(4ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0%以下(3g，180℃，4時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約1.5gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴)．

0.5mol/L硫酸1mL＝69.11mg K_2CO_3

貯法 容器 気密容器．

沈降炭酸カルシウム

Precipitated Calcium Carbonate

$CaCO_3$: 100.09

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カルシウム($CaCO_3$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の微細な結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水にほとんど溶けないが，二酸化炭素が存在すると溶解性を増す．

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けない．

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に泡立って溶ける．

確認試験

（1）　本品0.5gを希塩酸10mLに溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品は炭酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5.0gに水50mLを加え，かき混ぜながら，塩酸20mLを少量ずつ加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて200mLとした後，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱し灰化するとき，その量は10.0mg以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを水5mLと混ぜ，徐々に塩酸6mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水50mLに溶かし，ろ過する．ろ液25mLに希酢酸2mL，アンモニア試液1滴及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸3mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3）　バリウム　本品1.0gに水10mLを加え，かき混ぜながら，塩酸4mLを少量ずつ加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて40mLとした後，ろ過する．ろ液につき，炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を認めない．

（4）　マグネシウム及びアルカリ金属　本品1.0gを水20mL及び希塩酸10mLの混液に溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，よく振り混ぜ，ろ過する．ろ液50mLに硫酸0.5mLを加え，蒸発乾固し，残留物を600℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は5.0mg以下である．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gを水1mLで潤し，希塩酸4mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，180℃，4時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.12gを精密に量り，水20mL及び希塩酸3mLを加えて溶かす．次に水80mL，水酸化カリウム溶液(1→10)15mL及びNN指示薬0.05g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．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝5.005mg $CaCO_3$

貯法　容器　気密容器．

沈降炭酸カルシウム細粒

Precipitated Calcium Carbonate Fine Granules

カルシウム炭酸塩細粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する炭酸カルシウム($CaCO_3$：100.09)を含む．

製法　本品は「沈降炭酸カルシウム」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「沈降炭酸カルシウム」0.5gに対応する量をとり，希塩酸10mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(3)を呈する．

（2）　本品を粉末としたものは，炭酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の10分間の溶出率は80%以上である．

表示量に従い炭酸カルシウム($CaCO_3$)約0.5gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別に定量用炭酸カルシウムを180℃で4時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mL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，それぞれの液のカルシウムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1800$$

M_S：定量用炭酸カルシウムの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中の炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのポリエーテルエーテルケトン管に7μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酒石酸溶液(3→2000)／ジピコリン酸溶液(1→3000)混液(1：1)

流量：カルシウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，カルシウムの順に溶出し，その分離度は4.5以上である．

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5回繰り返すとき，カルシウムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

粒度〈*6.03*〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を粉末とし，炭酸カルシウム($CaCO_3$)約0.12gに対応する量を精密に量り，水20mL及び希塩酸3mLを加え，15分間超音波処理する．次に水80mL，水酸化カリウム溶液(1→10)15mL及びNN指示薬50mg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．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝5.005mg $CaCO_3$

貯法　容器　密閉容器．

沈降炭酸カルシウム錠

Precipitated Calcium Carbonate tablets

カルシウム炭酸塩錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する炭酸カルシウム($CaCO_3$：100.09)を含む．

製法 本品は「沈降炭酸カルシウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，「沈降炭酸カルシウム」0.5gに対応する量をとり，希塩酸10mLを加えてよく振り混ぜた後，必要ならばろ過する．この液を煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(3)を呈する．

（2） 本品を粉末としたものは，炭酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

崩壊性〈*6.09*〉 制酸を効能又は効果とする製品に適用する．

補助盤を使用して試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉 高リン血症を効能又は効果とする製品に適用する．

試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の10分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中に炭酸カルシウム($CaCO_3$)約56μgを含む液となるように移動相を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用炭酸カルシウムを180℃で4時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mL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，それぞれの液のカルシウムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

M_S：定量用炭酸カルシウムの秤取量(mg)

C：1錠中の炭酸カルシウム($CaCO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径4.6mm，長さ10cmのポリエーテルエーテルケトン管に7μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酒石酸溶液(3→2000)／ジピコリン酸溶液(1→3000)混液(1：1)

流量：カルシウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，カルシウムの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，カルシウムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

制酸力〈*6.04*〉 制酸を効能又は効果とする製品に適用する．

本品40個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従い「炭酸カルシウム」約0.25gに対応する量を精密に量り，試験を行うとき，「沈降炭酸カルシウム」1gに対応する量につき，0.1mol/L塩酸の消費量は190mL以上である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．炭酸カルシウム($CaCO_3$)約0.12gに対応する量を精密に量り，水20mL及び希塩酸3mLを加え，必要ならば15分間超音波処理する．次に水80mL，水酸化カリウム溶液(1→10)15mL及びNN指示薬50mg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．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL

＝5.005mg $CaCO_3$

貯法 容器 気密容器．

炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate

重曹

重炭酸ナトリウム

$NaHCO_3$: 84.01

本品は定量するとき，炭酸水素ナトリウム($NaHCO_3$)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，においはなく，特異な塩味がある．

本品は水にやや溶けやすく，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．

本品は湿った空気中で徐々に分解する．

確認試験　本品の水溶液(1→30)はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.9～8.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.40gに希硝酸4mLを加えて沸騰するまで加熱し，冷後，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0.45mLを加える(0.040%以下)．

（3）　炭酸塩　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水20mLを加え，15℃以下で極めて穏やかに揺り動かして溶かし，0.1mol/L塩酸2.0mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は直ちに赤色を呈しない．

（4）　アンモニウム　本品1.0gを加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品4.0gに水5mL及び塩酸4.5mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2mL，水35mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸4.5mLを蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに水3mL及び塩酸2mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

定量法　本品約2gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸を滴加し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴)．

0.5mol/L硫酸1mL＝84.01mg $NaHCO_3$

貯法　容器　気密容器．

炭酸水素ナトリウム注射液

Sodium Bicarbonate Injection

重炭酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応する炭酸水素ナトリウム($NaHCO_3$：84.01)を含む．

製法 本品は「炭酸水素ナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「炭酸水素ナトリウム」1gに対応する容量をとり，水を加えて30mLとした液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 7.0～8.5

エンドトキシン〈*4.01*〉 5.0EU/mEq未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉 試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法 本品の炭酸水素ナトリウム($NaHCO_3$)約2gに対応する容量を正確に量り，0.5mol/L硫酸を滴加し，以下「炭酸水素ナトリウム」の定量法を準用する．

0.5mol/L硫酸1mL＝84.01mg $NaHCO_3$

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

乾燥炭酸ナトリウム

Dried Sodium Carbonate

Na_2CO_3 : 105.99

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)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．

本品は水に溶けやすく，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．

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

(1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

(2) 塩化物〈*1.03*〉 本品0.5gを水10mLに溶かし，希硝酸12mL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1.0mLを加える(0.071%以下)．

(3) 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gを水10mLに溶かし，希塩酸7.5mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸7.5mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

(4) ヒ素〈*1.11*〉 本品0.65gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(3.1ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0%以下(2g，105℃，4時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約1.2gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴)．

0.5mol/L硫酸1mL＝53.00mg Na_2CO_3

貯法 容器 気密容器．

炭酸ナトリウム水和物

Sodium Carbonate Hydrate

炭酸ナトリウム

$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$: 286.14

本品は定量するとき，炭酸ナトリウム水和物($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$)99.0～103.0%を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，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．

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である．

本品は空気中で風解する．

本品は34℃でその結晶水に溶け，100℃以上で結晶水を失う．

確認試験　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

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）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを水10mLに溶かし，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．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.071%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gを水10mLに溶かし，希塩酸8mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸8mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.65gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(3.1ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　61.0～63.0%(1g，105℃，4時間)．

定量法　本品約3gを精密に量り，水25mLに溶かし，0.5mol/L硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ブロモクレゾールグリン試液2滴)．

0.5mol/L硫酸1mL＝143.1mg $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$

貯法　容器　気密容器．

炭酸マグネシウム

Magnesium Carbonate

本品は含水塩基性炭酸マグネシウム又は含水正炭酸マグネシウムである．

本品は定量するとき，酸化マグネシウム(MgO：40.30)40.0～44.0%を含む．

沈降試験を行うとき，12.0mLの目盛以下のものは別名として重質炭酸マグネシウムと表示することができる．

性状 本品は白色のもろい塊又は粉末で，においはない．

本品は水，エタノール(95)，1－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に泡立って溶ける．

本品の飽和水溶液はアルカリ性である．

確認試験

(1) 本品1gを希塩酸10mLに溶かし，煮沸し，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，必要ならばろ過する．この液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

(2) 本品は炭酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

(1) 可溶性塩 本品2.0gをとり，1－プロパノール40mL及び水40mLを加え，絶えずかき混ぜながら沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて正確に100mLとする．この液50mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は10.0mg以下である．

(2) 重金属〈*1.07*〉 本品1.0gを水4mLで潤し，希塩酸10mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35mL，希酢酸2mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸10mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2mL，鉛標準液3.0mL及び水を加えて50mLとする(30ppm以下)．

(3) 鉄〈*1.10*〉 本品0.10gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(200ppm以下)．

(4) ヒ素〈*1.11*〉 本品0.40gを水1.5mLで潤し，希塩酸3.5mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(5ppm以下)．

(5) 酸化カルシウム 本品約0.6gを精密に量り，水35mL及び希塩酸6mLを加えて溶かす．更に水250mL及びL－酒石酸溶液(1→5)5mLを加え，更に2,2′,2″－ニトリロトリエタノール溶液(3→10)10mL，8mol/L水酸化カリウム試液10mLを加え，5分間放置した後，0.01mol/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(指示薬：NN指示薬0.1g)．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．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝0.5608mg CaO

酸化カルシウム(CaO：56.08)の量は0.6%以下である．

(6) 酸不溶物 本品5.0gをとり，水75mLを加え，かき混ぜながら塩酸10mLを少量ずつ加え，5分間煮沸する．冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は2.5mg以下である．

沈降試験 本品の100号(150μm)ふるいを通したもの1.0gをとり，底部から150mmのところに50mLの目盛りのある共栓メスシリンダーに入れ，水を加えて50mLとし，正確に1分間激しく振り混ぜて静置し，15分間後の沈下物の高さ(mLの目盛り)を測定する．

定量法 本品約0.4gを精密に量り，水10mL及び希塩酸3.5mLを加えて溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，水50mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え，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(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験(5)で得た酸化カルシウム(CaO)に対応する0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1mL
＝2.015mg MgO
酸化カルシウム(CaO)1mg
＝0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液0.36mL

貯法 容器 密閉容器．

炭酸リチウム

Lithium Carbonate

Li_2CO_3 : 73.89

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸リチウム(Li_2CO_3)99.5%以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，熱湯に溶けにくく，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．

本品は希酢酸に溶ける．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは10.9～11.5である．

確認試験

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

（2） 本品0.2gを希塩酸3mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液4mL及びリン酸水素二ナトリウム試液2mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸2mLを追加するとき，溶ける．

（3） 本品の水溶液(1→100)は炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品0.10gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酢酸不溶物 本品1.0gをとり，希酢酸40mLに溶かし，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，水10mLずつで5回洗い，ろ紙と共に強熱し，灰化するとき，その量は1.5mg以下である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品0.40gをとり，水10mL及び希硝酸7mLを加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，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0.25mLを加える(0.022%以下)．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.40gをとり，水10mL及び希塩酸4mLを加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品4.0gをとり，水5mLを加え，かき混ぜながら徐々に塩酸10mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水10mLを加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸10mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に水10mLを加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに鉛標準液2.0mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(5ppm以下)．

（6） 鉄〈*1.10*〉 本品1.0gをとり，第2法により検液を調製し，B法により試験を行う．ただし，検液の調製には希塩酸11mLを用いる．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（7） アルミニウム 本品5.0gをとり，水20mLを加え，かき混ぜながら徐々に塩酸15mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水50mLを加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ液をA液とする．別に塩酸15mLを水浴上で蒸発乾固する．以下同様に操作して得た液をB液とする．A液10mLに水10mL及びpH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを加えて振り混ぜた後，L－アスコルビン酸溶液(1→100)1mL，アルミノン試液2mL及び水を加えて50mLとし，よく振り混ぜて，10分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物0.1758gに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液1.0mLにB液10mL及び水を加えて20mLとし，pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを加え，以下同様に操作する．

（8） バリウム (7)のA液20mLに水6mL，希塩酸0.5mL，エタノール(95)3mL及び硫酸カリウム試液2mLを加えて1時間放置するとき，液の呈する混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化バリウム二水和物17.8mgに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液6mLに(7)のB液20mL及び希塩酸0.5mLを加え，以下同様に操作する．

（9） カルシウム 本品約5gを精密に量り，水50mL及び塩酸15mLを加えて溶かし，煮沸して二酸化炭素を除き，シュウ酸アンモニウム試液5mLを加え，更にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，4時間放置する．生成した沈殿をガラスろ過器(G4)を用いてろ取し，洗液が塩化カルシウム試液で1分間以内に混濁を生じなくなるまで温湯で洗った後，沈殿をガラスろ過器と共にビーカーに入れ，ガラスろ過器が覆われるまで水を加え，更に硫酸3mLを加えて70～80℃に加温した後，0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で30秒間持続する微紅色を呈するまで滴定するとき，カルシウム(Ca：40.08)の量は0.05%以下である．

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL＝2.004mg Ca

(10) マグネシウム (7)のA液3.0mLにチタンエロー溶液(1→1000)0.2mL及び水を加えて20mLとし，水酸化ナトリウム溶液(3→20)5mLを加え，10分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸マグネシウム七水和物を105℃で2時間乾燥した後，450℃で3時間加熱し，その49.5mgに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液6mLに(7)のB液3mL，チタンエロー溶液(1→1000)0.2mL及び水を加えて20mLとし，以下同様に操作する．

(11) カリウム 本品1.0gに水を加えて溶かし，100mLとし，試料溶液とする．試料溶液5mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30)5mLを加え，直ちに振り混ぜ，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム9.5mgに水を加えて溶かし，1000mLとする．この液5mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

(12) ナトリウム 本品約0.8gを精密に量り，水を加えて溶かし，正確に100mLとし，試料原液とする．試料原液25mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液と

する．別に塩化ナトリウム25.4mgを正確に量り，水を加えて溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．また試料原液25mLを正確に量り，標準溶液20mLを正確に加え，更に水を加えて正確に100mLとし，標準添加溶液とする．試料溶液及び標準添加溶液につき，炎光光度計を用い次の条件でナトリウムの発光強度を測定する．波長目盛りを589nmに合わせ，標準添加溶液をフレーム中に噴霧し，その発光強度L_Sが100近くの目盛りを示すように感度調節した後，試料溶液の発光強度L_Tを測定する．次に他の条件は同一にし，波長を580nmに変え，試料溶液の発光強度L_Bを測定し，次の式によりナトリウムの量を計算するとき，その量は0.05%以下である．

ナトリウム(Na)の量(%)

$$=(L_T-L_B)/(L_S-L_T)\times M'/M\times 100$$

M：試料原液25mL中の本品の量(mg)

M'：標準溶液20mL中のナトリウムの量(mg)

(13) ヒ素〈*1.11*〉 本品1.0gをとり，水2mL及び塩酸3mLを加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，水100mL及び0.5mol/L硫酸50mLを正確に加え，静かに煮沸して二酸化炭素を除き，冷後，過量の硫酸を1mol/L水酸化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色が黄色に変わるときとする(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L硫酸1mL＝36.95mg Li_2CO_3

貯法 容器 密閉容器．

1 単シロップ

2 Simple Syrup

3 本品は「白糖」の水溶液である．

4 **製法**

白糖	850g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

5 以上をとり，シロップ剤の製法により製する．

6 **性状** 本品は無色～微黄色の澄明な濃稠の液で，においはなく，
7 味は甘い．

8 **確認試験**

9 （1） 本品を蒸発し，残留物1gを加熱するとき，融解して
10 ふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物
11 となる．

12 （2） (1)で得た残留物0.1gに希硫酸2mLを加えて煮沸し，
13 水酸化ナトリウム試液4mL及びフェーリング試液3mLを加
14 えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じ
15 る．

16 **比重** 〈2.56〉 d_{D}^{20}：1.310～1.325

17 **純度試験**

18 （1） 人工甘味質 本品100mLに水100mLを加えて振り混
19 ぜ，その50mLに希硫酸を加えて酸性とし，また，別の
20 50mLに水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とし，そ
21 れぞれにジエチルエーテル100mLずつを加えて振り混ぜ，
22 ジエチルエーテル層を分取して合わせ，水浴上でジエチルエ
23 ーテルを留去し，更に蒸発乾固するとき，残留物は甘味がな
24 い．

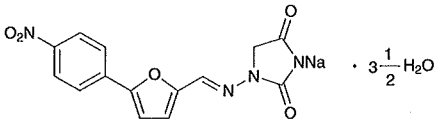
25 （2） サリチル酸 (1)の残留物に希塩化鉄(Ⅲ)試液2～3滴
26 を加えるとき，液は紫色を呈しない．

27 **貯法** 容器 気密容器．

ダントロレンナトリウム水和物

Dantrolene Sodium Hydrate

ダントロレンナトリウム



$C_{14}H_9N_4NaO_5 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$: 399.29

Monosodium3-[5-(4-nitrophenyl)furan-2-ylmethylene]amino-2,5-dioxo-1,3-imidazolidinate hemiheptahydrate

[*14663-23-1*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ダントロレンナトリウム($C_{14}H_9N_4NaO_5$: 336.23)98.0%以上を含む．

性状　本品は帯黄だいだい色～濃だいだい色の結晶性の粉末である．

本品はプロピレングリコールにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又は酢酸(100)に極めて溶けにくく，アセトン，テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

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

（3）　本品0.1gに水20mL及び酢酸(100)2滴を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品約0.7gに水10mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離又はメンブランフィルターを用いてろ過する．上澄液又はろ液の5mLをとり，水45mL，フェノールフタレイン試液3滴及び0.1mol/L塩酸0.10mLを加えるとき，赤色を呈しない．

（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)．

（3）　類縁物質　本品50mgにテトラヒドロフラン20mL及び酢酸(100)2mLを加えて溶かし，エタノール(99.5)を加えて100mLとし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に50mL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．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，試料溶液のダントロレン以外のピークの合計面積は，標準溶液のダントロレンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：300nm)

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シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／酢酸(100)／エタノール(99.5)混液(90：10：9)

流量：ダントロレンの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：本品5mg及びテオフィリン0.1gをテトラヒドロフラン20mL及び酢酸(100)2mLに溶かし，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液10mLをとり，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，ダントロレンの順に溶出し，その分離度が6以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液10μLから得たダントロレンのピーク高さがフルスケールの10～40%になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からダントロレンの保持時間の約2倍の範囲

水分〈*2.48*〉　14.5～17.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.7gを精密に量り，プロピレングリコール／アセトン混液(1：1)180mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝33.62mg $C_{14}H_9N_4NaO_5$

貯法　容器　気密容器．

1 単軟膏

2 Simple Ointment

3 **製法**

ミツロウ	330g
植物油	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**　本品は黄色で，弱いにおいがある．

6 **貯法**　容器　気密容器．

タンニン酸

Tannic Acid

本品は，通例，五倍子又は没食子から得たタンニンである．

性状　本品は黄白色～淡褐色の無晶形の粉末，光沢のある小葉片又は海綿状の塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて渋い．

本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→400)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液2滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→20)5mLずつにそれぞれアルブミン試液1滴，ゼラチン試液1滴又はデンプン試液1mLを加えるとき，それぞれ沈殿を生じる．

純度試験

（1）　ゴム質，デキストリン又は糖類　本品3.0gを熱湯15mLに溶かすとき．液は混濁してもわずかである．この液を冷却してろ過し，ろ液5mLにエタノール(95)5mLを加えるとき，液は混濁しない．更にジエチルエーテル3mLを追加するとき，混濁しない．

（2）　樹脂状物質　(1)のろ液5mLに水10mLを加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量 〈2.41〉　12.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分 〈2.44〉　1.0%以下(0.5g)．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

タンニン酸アルブミン

Albumin Tannate

タンナルビン

本品はタンニン酸とたん白質との化合物である．

本品はそのたん白質の基原を表示する．

性状　本品は淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えるとき，混濁して溶ける．

確認試験

（1）　本品0.1gにエタノール(95)10mLを加え，水浴中で振り混ぜながら3分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青紫色～青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.1gに硝酸5mLを加えるとき，液はだいだい黄色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品1.0gに水50mLを加え，5分間振り混ぜてろ過し，ろ液25mLに0.1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　脂肪　本品2.0gに石油ベンジン20mLを加え，15分間強く振り混ぜてろ過し，ろ液10mLを水浴上で蒸発するとき，残留物は50mg以下である．

乾燥減量 〈2.41〉　6.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分 〈2.44〉　1.0%以下(0.5g)．

消化試験　本品1.00gに含糖ペプシン0.25g及び水100mLを加えてよく振り混ぜた後，40±1℃の水浴中で20分間放置し，希塩酸1.0mLを加えて振り混ぜ，次に40±1℃の水浴中に3時間放置した後，直ちに常温まで急冷し，ろ過する．残留物を水10mLずつで3回洗い，デシケーター(シリカゲル)で18時間乾燥した後，105℃で5時間乾燥するとき，その量は0.50～0.58gである．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

1 タンニン酸ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine Tannate

本品はジフェンヒドラミンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$：255.35)25.0～35.0%を含む．

性状　本品は灰白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1gに水15mL及び希塩酸0.3mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10mLを分液漏斗に入れ，クロロホルム20mLずつで2回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物の水溶液(1→100)5mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の残留物の水溶液(1→100)10mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10mLを滴加し，30分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は128～133℃である．

（3）　(1)の試料溶液1mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する．

純度試験　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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0%以下(1g，105℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1g)．

定量法　本品約1.7gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水20mL及び希塩酸3.0mLを加え，よく振り混ぜて溶かした後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)20mLを加え，更にイソオクタン25mLを正確に加え，5分間激しく振り混ぜる．これに塩化ナトリウム2gを加え，振り混ぜて溶かし，静置する．イソオクタン層20mLを正確に量り，酢酸(100)80mL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＝25.54mg $C_{17}H_{21}NO$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

タンニン酸ベルベリン

Berberine Tannate

本品はベルベリンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン($C_{20}H_{19}NO_5$：353.37)27.0～33.0%を含む．

性状　本品は黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1gにエタノール(95)10mLを加え，水浴中で振り混ぜながら3分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青緑色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.01gにメタノール10mL及び1mol/L塩酸試液0.4mLを加えて溶かし，水を加えて200mLとする．この液8mLに水を加えて25mL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，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　酸　本品0.10gに水30mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品1.0gに水38mL及び希硝酸12mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，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0.50mLに希硝酸6mL，ブロモフェノールブルー試液10～15滴及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品1.0gに水48mL及び希塩酸2mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液25mLをとり，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0.005mol/L硫酸0.50mLに希塩酸1mL，ブロモフェノールブルー試液5～10滴及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（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3.0mLを加える(30ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品10mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液4mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たベルベリンのピーク面積が，標準溶液のベルベリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈2.48〉　6.0%以下(0.7g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　1.0%以下(1g)．

定量法　本品約30mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に100mLとし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品(別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約10mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に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．それぞれの液のベルベリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ベルベリン($C_{20}H_{19}NO_5$)の量(mg)$=M_S \times A_T / A_S \times 0.950$

M_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：345nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを水／アセトニトリル混液(1：1)1000mLに溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン1mgずつを移動相に溶かして10mLとする．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法

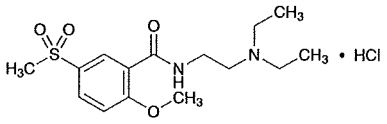
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チアプリド塩酸塩

Tiapride Hydrochloride

塩酸チアプリド



$C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$：364.89

N-[2-(Diethylamino)ethyl]-2-methoxy-5-(methylsulfonyl)benzamide monohydrochloride

[*51012-33-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアプリド塩酸塩($C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0g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)．

（2）　類縁物質　本品0.20g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，窒素気流下で速やかにスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(2：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，80℃で30分間乾燥する．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．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝36.49mg $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

チアプリド塩酸塩錠

Tiapride Hydrochloride Tablets

塩酸チアプリド錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$：328.43)を含む．

製法　本品は「チアプリド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いチアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)10mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長286～290nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液$V/10$ mLを加えて崩壊するまで超音波処理した後，メタノール$4V/10$ mLを加える．更に内標準溶液$V/10$ mLを正確に加えて30分間振り混ぜ，1mL中にチアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)約1mgを含む液となるようにメタノールを加えてV mLとする．この液を10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

チアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V/100 \times 0.900$

M_S：定量用塩酸チアプリドの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液10mL及びメタノール40mLを加えた後，内標準溶液10mLを正確に加えて30分間振り混ぜ，メタノールを加えて100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸チアプリドを105℃で2時間乾燥し，その約0.11gを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，内標準溶液10mLを正確に加え，更にメタノールを加えて100mLとし，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チアプリドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアプリド($C_{15}H_{24}N_2O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 0.900$

M_S：定量用塩酸チアプリドの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム11.2gを水800mLに溶かし，薄めた過塩素酸(17→2000)5mLを加える．この液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：チアプリドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

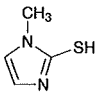
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアプリド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液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チアプリドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

チアマゾール

Thiamazole



$C_4H_6N_2S$：114.17

1-Methyl-1*H*-imidazole-2-thiol

[*60-56-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアマゾール($C_4H_6N_2S$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

確認試験

（1）　本品5mgを水1mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸(31)1mLを加えるとき，液は青色となる．

（2）　本品の水溶液(1→200)2mLに炭酸ナトリウム試液1mL及び薄めたフォリン試液(1→5)1mLを加えるとき，液は濃青色を呈する．

融点〈*2.60*〉　144～147℃

純度試験

（1）　セレン　本品0.10gをとり，薄めた硝酸(1→30)25mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置のAの上部に少量の水を入れ，注意してCをとり，検液をビーカーに移す．水25mLで，C，B及びAの内壁を洗い，洗液を検液に合わせる．この液を10分間静かに煮沸した後，室温まで冷却し，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にセレン40mgをとり，薄めた硝酸(1→2)100mLを加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に1000mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めた硝酸(1→60)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40mLずつを正確に量り，ビーカーにとり，それぞれにアンモニア水(28)を加えてpHを1.8～2.2とする．これに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.2gを加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に2,3－ジアミノナフタリン0.10g及び塩酸ヒドロキシアンモニウム0.5gを0.1mol/L塩酸試液に溶かし，100mLとした液5mLを加え，振り混ぜた後，100分間放置する．それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水10mLで洗い，洗液を合わせ，シクロヘキサン5.0mLを加えて2分間よく振り混ぜて抽出する．シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く．これらの液につき，薄めた硝酸(1→60)40mL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．標準溶液から得た液の波長378nm付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（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)．

（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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.25gを精密に量り，水75mLに溶かし，ビュレットから0.1mol/L水酸化ナトリウム液15mLを加え，かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液30mLを加えた後，ブロモチモールブルー試液1mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝11.42mg $C_4H_6N_2S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

チアマゾール錠

Thiamazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するチアマゾール($C_4H_6N_2S$：114.17)を含む．

製法　本品は「チアマゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「チアマゾール」0.05gに対応する量をとり，熱エタノール(95)20mLを加え，15分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を水10mLに溶かし，必要ならばろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液1mLに水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸(31)1mLを加えるとき，液は青色となる．

（2）　(1)の試料溶液2mLにつき，「チアマゾール」の確認試験(2)を準用する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアマゾール($C_4H_6N_2S$)約0.15gに対応する量を精密に量り，水80mLを加えて15分間振り混ぜ，水を加えて正確に100mLとし，遠心分離し，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液50mLを正確に量り，ブロモチモールブルー試液1mLを加え，もし，液の色が青色となるときは，緑色となるまで0.1mol/L塩酸を加えて中和する．この液にビュレットから0.1mol/L水酸化ナトリウム液4.5mLを加え，かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液15mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈2.50〉を続け，前後の0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝11.42mg $C_4H_6N_2S$

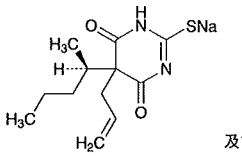
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33

Monosodium 5-allyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate

[*337-47-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，チアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)97.5～101.0%を含む．

性状　本品は淡黄色の結晶又は粉末である．

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．

本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは10.0～11.0である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のエタノール(95)溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(7→1000000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，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)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを11～13mLの共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水10mLを加え，密栓して静置し，時々穏やかに振り混ぜて溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mL及び3mLをそれぞれ正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μL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．次にトルエン／メタノール／酢酸エチル混液(40：7：3)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得たR_f値0.1付近のスポットは，標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット，原点の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(1)から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，105℃，1時間)．

定量法　本品約0.25gを精密に量り，メタノール50mL及び希塩酸5mLに溶かし，更にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液10mL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5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて200mLとし，試料溶液とする．別にチアミラール標準品を105℃，1時間乾燥し，その約23mgを精密に量り，メタノール50mL及び希塩酸0.5mLを加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 \times 1.086$

M_S：チアミラール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液(3→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：289nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／pH4.6の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(13：7)

流量：チアミラールの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミラール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は12以上である．

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，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

注射用チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するチアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33)を含む．

製法　本品は「チアミラールナトリウム」100及び「乾燥炭酸ナトリウム」7を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性状　本品は淡黄色の結晶，粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品1.0gにエタノール(95)20mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を水1mLに溶かし，塩化バリウム試液1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．また，この液を遠心分離し，上澄液を静かに取り除いた後，沈殿に希塩酸を滴加するとき，沈殿は泡立って溶ける．

（2）　本品50mgにエタノール(95)100mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液3mLをとり，エタノール(95)を加えて200mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236～240nm及び287～291nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水40mLに溶かした液のpHは10.5～11.5である．

純度試験　類縁物質　本品0.10gにエタノール(95)10mLを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の純度試験(3)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　1.0EU/mg未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，各々の容器を注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器を水で洗い，洗液は先の液と合わせ，1mL中にチアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)約5mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとする．この液5mLを正確に量り，希塩酸0.5mL及びメタノールを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて200mLとし，試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の定量法を準用する．

本品1個中のチアミラールナトリウム($C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50 \times 1.086$$

M_S：チアミラール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液(3→500)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

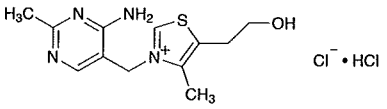
チアミン塩化物塩酸塩

Thiamine Chloride Hydrochloride

塩酸チアミン

チアミン塩酸塩

ビタミンB_1塩酸塩



$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride

[*67-03-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

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，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，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溶けない．

融点：約245℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに水酸化ナトリウム試液2.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え，次に2－メチル－1－プロパノール5mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，2－メチル－1－プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はチアミン塩化物塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を105℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は105℃で2時間乾燥したチアミン塩化物塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれ水に溶かした後，水を蒸発し，残留物を105℃で2時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（4）　本品の水溶液(1→500)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは2.7～3.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：1／60 mol/L二クロム酸カリウム液1.5mLに水を加えて1000mLとする．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.011%以下)．

（3）　硝酸塩　本品0.5gを水25mLに溶かし，この液2mLに硫酸2mLを加えて振り混ぜ，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液を層積するとき，境界面に暗褐色の輪帯を生じない．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.10gを移動相100mL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．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，試料溶液のチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：チアミンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．この液10μLから得たチアミンのピーク面積が，標準溶液のチアミンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チアミンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(30mg，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて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の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

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取量(mg)

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液(1→50)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gを薄めた酢酸(100)(1 → 100)1000mLに溶かす．この液600mLにメタノール／アセトニトリル混液(3：2)400mLを加える．
流量：チアミンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

チアミン塩化物塩酸塩散

Thiamine Chloride Hydrochloride Powder

塩酸チアミン散

チアミン塩酸塩散

ビタミンB_1塩酸塩散

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27)を含む．

製法　本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.02gに対応する量をとり，水50mL及び希酢酸10mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．このろ液5mLにつき「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

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い．

定量法　本品のチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)約20mgに対応する量を精密に量り，0.01mol/L塩酸試液60mLを加え，水浴上で30分間加熱した後，10分間激しく振り混ぜ，冷後，メタノールを加えて正確に100mLとし，遠心分離する．上澄液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.1gを精密に量り，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液50mLを加えた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，水を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

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取量(mg)

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液(1→200)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チアミン塩化物塩酸塩注射液

Thiamine Chloride Hydrochloride Injection

塩酸チアミン注射液

チアミン塩酸塩注射液

ビタミンB_1塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～115.0%に対応するチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27)を含む．

製法　本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：2.5～4.5

確認試験　本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.05gに対応する容量をとり，水を加えて25mLとし，この液5mLにつき，「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　6.0EU/mg未満．

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のチアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)約20mgに対応する容量を，必要ならば0.001mol/L塩酸試液で薄めた後，正確に量り，メタノール20mL及び0.001mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約0.1gを精密に量り，0.001mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノール20mL及び0.001mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液25mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$)の量(mg)

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

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取量(mg)

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液(1→200)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

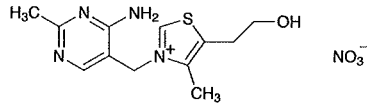
容器　密封容器．

チアミン硝化物

Thiamine Nitrate

硝酸チアミン

ビタミンB_1硝酸塩



$C_{12}H_{17}N_5O_4S$：327.36

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium nitrate

[*532-43-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアミン硝化物($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，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．

融点：約193℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)2mLずつに，ヨウ素試液2～3滴を加えるとき赤褐色の沈殿又は混濁を生じ，2,4,6－トリニトロフェノール試液1mLを加えるとき黄色の沈殿又は混濁を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→500)1mLに酢酸鉛(Ⅱ)試液1mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mLを加えて加温するとき，液は黄色を経て褐色に変わり，放置するとき，黒褐色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→500)5mLに水酸化ナトリウム試液2.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え，次に2－メチル－1－プロパノール5mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，2－メチル－1－プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（4）　本品の水溶液(1→50)は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.053%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.5gに水30mL及び希塩酸2mLを加えて溶かし，これに水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸2mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水30mLを加え，加温して溶かし，冷後，6mol/L酢酸試液12mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥したもの及びチアミン塩化物塩酸塩標準品(別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて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の比Q_T及びQ_Sを求める．

チアミン硝化物($C_{12}H_{17}N_5O_4S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 0.971$

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取量(mg)

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液(1→50)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gを薄めた酢酸(100)(1→100)1000mLに溶かす．この液600mLにメタノール／アセトニトリル混液(3：2)400mLを加える．

流量：チアミンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

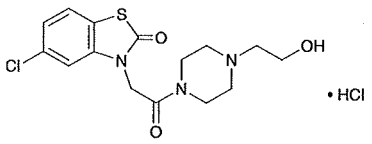
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チアラミド塩酸塩

Tiaramide Hydrochloride

塩酸チアラミド



$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$：392.30

5-Chloro-3-{2-[4-(2-hydroxyethyl)piperazin-1-yl]-2-oxoethyl}-1,3-benzothiazol-2(3*H*)-one monohydrochloride

[*35941-71-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チアラミド塩酸塩（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$）98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，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1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.0～4.5である．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（1）　本品5mgを0.1mol/L塩酸試液5mLに溶かし，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（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)．

（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．ただし，操作法における薄めた塩酸(1→2)の加える量を20mLとする(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.20gを薄めたエタノール(7→10)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたエタノール(7→10)を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたエタノール(7→10)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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に100℃で30分間乾燥する．冷後，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及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，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℃，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，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ニュートラルレッド試液3滴)．ただし，滴定の終点は，液の赤色が紫色を経て青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝39.23mg $C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

チアラミド塩酸塩錠

Tiaramide Hydrochloride Tablets

塩酸チアラミド錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$：355.84)を含む．

製法 本品は「チアラミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長285～289nm及び292～296nmに吸収の極大を示す．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従いチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)0.1gに対応する量をとり，薄めたエタノール(7→10)10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミド0.11gをとり，薄めたエタノール(7→10)10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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調製した薄層板にスポットする．次に1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を100℃で30分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液，続いて薄めた硝酸(1→50)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液3V／5mLを加えて60分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを105℃で3時間乾燥し，その約55mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mL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につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長294nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50 \times 0.907$

M_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量(mg)

溶出性 〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の50mg錠の15分間の溶出率及び100mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを105℃で3時間乾燥し，その約15mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長294nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 360 \times 0.907$

M_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量(mg)
C：1錠中のチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約0.1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液60mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液20mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを105℃で3時間乾燥し，その約0.11gを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液5mL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につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長294nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 0.907$

M_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器．

チアントール

Thianthol

本品はジメチルチアントレン及びジトルエンジスルフィドからなる．

本品は定量するとき，イオウ(S：32.07)23.5～26.5%を含む．

性状 本品は帯黄色の粘性の液で，不快でない弱いにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は，冷時，結晶を析出することがあるが，加温すると溶ける．

比重 d_{20}^{20}：1.19～1.23

確認試験 本品0.1gに硫酸5mLを注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，これに硝酸5～6滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる．

純度試験

（1） 液性 本品10gに水20mLを加え，振り混ぜて放置した後，分取して得た水層は中性である．

（2） 硫酸塩 (1)の水層10mLに塩化バリウム試液2～3滴を加えるとき，液は混濁しない．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品約10mgを精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10)5mL及び過酸化水素試液1.0mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法 〈*1.06*〉 のイオウの定量操作法により試験を行う．

貯法 容器 気密容器．

1 複方チアントール・サリチル酸液

Compound Thianthol and Salicylic Acid Solution

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12)1.8～2.2w/v%及びフェノール(C_6H_6O：94.11)1.8～2.2w/v%を含む．

製法

チアントール	200mL
サリチル酸	20g
フェノール	20g
オリブ油	50mL
エーテル	100mL
石油ベンジン	適量
全量	1000mL

「サリチル酸」及び「フェノール」を「エーテル」に溶かし，これに「チアントール」，「オリブ油」及び「石油ベンジン」を加え，溶解混和し，全量を1000mLとする．

性状　本品は淡黄色の液で，特異なにおいがある．

確認試験

（1）　本品1mLを磁製皿にとり，水浴上で蒸発乾固する．これに硫酸5mLを注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，更に硝酸5～6滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる(チアントール)．

（2）　本品10mLに炭酸水素ナトリウム試液10mLを加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液0.5mLにpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて50mLとする．この液5mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200)5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸)．

（3）　(2)の上層を更に炭酸水素ナトリウム試液10mLで洗った後，希水酸化ナトリウム試液10mLで抽出する．この抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール)．

（4）　本品1mLにエタノール(95)10mLを混和し，試料溶液とする．別にサリチル酸，フェノール及びチアントール0.01gずつをそれぞれエタノール(95)5mLに溶かし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(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／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)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3個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対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．

定量法　本品2mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)70mLを加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.2g及び定量用フェノール約0.2gを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100mLとし，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〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

$$\text{サリチル酸}(C_7H_6O_3)\text{の量(mg)} = M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/5$$

$$\text{フェノール}(C_6H_6O)\text{の量(mg)} = M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/5$$

M_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

M_{Sb}：定量用フェノールの秤取量(mg)

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液(1→10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)

流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整する．

カラムの選定：安息香酸0.2g，サリチル酸0.2g及びテオフィリン0.05gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす．この液10mLに薄めたメタノール(1→2)90mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

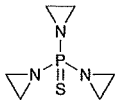
貯法

保存条件　遮光して，25℃以下で保存する．

容器　気密容器．

チオテパ

Thiotepa



$C_6H_{12}N_3PS$: 189.22

Tris(aziridin-1-yl)phosphine sulfide

[*52-24-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオテパ($C_6H_{12}N_3PS$)98.0%以上を含む．

性状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品の水溶液(1→10)は中性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→100)5mLに七モリブデン酸六アンモニウム試液1mLを加えて放置するとき，液は冷時徐々に，温時速やかに暗青色を呈する．

（2） 本品の水溶液(1→100)5mLに硝酸1mLを加えた液は，リン酸塩の定性反応(2) 〈*1.09*〉 を呈する．

（3） 本品0.1gを酢酸鉛(Ⅱ)試液1mL及び水酸化ナトリウム試液10mLの混液に溶かした後，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変し，液は灰赤色を呈する．

融点 〈*2.60*〉 52～57℃

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水20mL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を白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（3） ヒ素 〈*1.11*〉 本品0.20gを水5mLに溶かし，硝酸1mL及び硫酸1mLを加え，以下第2法により検液を調製し，試験を行う(10ppm以下)．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.20%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，チオシアン酸カリウム溶液(3→20)50mLに溶かし，0.05mol/L硫酸25mLを正確に加え，しばしば振り混ぜながら20分間放置した後，過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 〈*2.50*〉 する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L硫酸1mL=6.307mg $C_6H_{12}N_3PS$

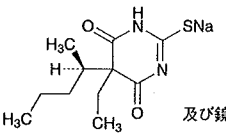
貯法

保存条件 遮光して，冷所に保存する．

容器 気密容器．

チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium



及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32

Monosodium 5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate

[*71-73-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$)97.0%以上を含む．

性状 本品は淡黄色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に分解する．

確認試験

（1） 本品0.2gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし，酢酸鉛(Ⅱ)試液2mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，加熱するとき沈殿は溶け，更に煮沸するとき，徐々に黒色の沈殿を生じる．また，この沈殿は硫化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品0.5gを水15mLに溶かし，希塩酸10mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム25mLずつで4回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発し，105℃で2時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は157～162℃である．

（3） 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gを水76mLに溶かし，希塩酸4mLを加えて振り混ぜ，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，ろ液40mLに酢酸アンモニウム試液2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL，酢酸アンモニウム試液2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3） 中性又は塩基性物質 本品約1gを精密に量り，水10mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加えて溶かし，クロロホルム40mLを加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水5mLずつで2回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は0.50%以下である．

（4） 類縁物質 本品50mgを移動相50mL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200mL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，試料溶液のチオペンタール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチオペンタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH3.0に調整する．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：チオペンタールの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：チオペンタールの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たチオペンタールのピーク面積が，標準溶液のチオペンタールのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル5mgずつをアセトニトリル50mLに溶かし，水を加えて100mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は1.9以上である．

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，チオペンタールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0%以下(1g，減圧，80℃，4時間)．

定量法 本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水20mLに溶かし，エタノール(95)5mL，希塩酸10mLを加え，クロロホルム50mLで抽出する．更にクロロホルム25mLずつで3回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水5mLずつで2回洗い，洗液はクロロホルム10mLずつで2回抽出し，前後のクロロホルム抽出液と合わせ，三角フラスコ中にろ過する．ろ紙をクロロホルム5mLずつで3回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール(95)10mLを加え，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液2mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム160mLにエタノール(95)30mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝26.43mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

注射用チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するチオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32)を含む．

製法　本品は「チオペンタールナトリウム」100及び「乾燥炭酸ナトリウム」6を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性状　本品は淡黄色の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，無水ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.1gを水10mLに溶かし，塩化バリウム試液0.5mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，希塩酸を滴加するとき，泡立って溶ける．

（2）　「チオペンタールナトリウム」の確認試験を準用する．

pH 〈2.54〉　本品1.0gを水40mLに溶かした液のpHは10.2～11.2である．

純度試験　「チオペンタールナトリウム」の純度試験を準用する．

乾燥減量 〈2.41〉　2.0%以下(1g，減圧，80℃，4時間)．

エンドトキシン 〈4.01〉　0.30EU/mg未満．

製剤均一性 〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，各々の容器は注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液のチオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$)約15mgに対応する容量V mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→100)15mLを加えた後，水を加えて正確に30mLとし，試料溶液とする．別に定量用チオペンタールを105℃で3時間乾燥し，その約46mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液50mLに溶かした後，水を加えて正確に200mLとする．この液2mL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につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，波長304nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

本品1個中のチオペンタールナトリウム($C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$)の量(mg)

$$= M_S \times A_T / A_S \times 300 / V \times 1.091$$

M_S：定量用チオペンタールの秤取量(mg)

貯法

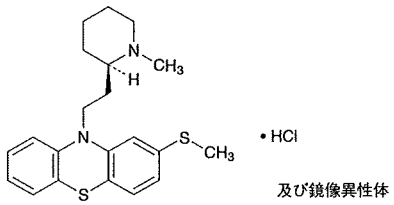
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

チオリダジン塩酸塩

Thioridazine Hydrochloride

塩酸チオリダジン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{26}N_2S_2$・HCl：407.04

10-{2-[(2*RS*)-1-Methylpiperidin-2-yl]ethyl}-2-methylsulfanyl-10*H*-phenothiazine monohydrochloride

[*130-61-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオリダジン塩酸塩($C_{21}H_{26}N_2S_2$・HCl)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸2mLに溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品0.01gを水2mLに溶かし，硫酸四アンモニウムセリウム(IV)試液1滴を加えるとき，液は青色を呈し，この色は過量の試液を加えると消える．

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

（4）　本品の水溶液(1→100)5mLにアンモニア試液2mLを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は，塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　159～164℃

純度試験

（1）　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)．

（2）　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)．

（3）　類縁物質　本操作は，直射日光を避けて行う．本品0.10g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20mLとする．この液2mL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5μL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／2－プロパノール／アンモニア水(28)混液(74：25：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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0.35gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(1：1)80mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.70mg $C_{21}H_{26}N_2S_2$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チオ硫酸ナトリウム水和物

Sodium Thiosulfate Hydrate

チオ硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$: 248.18

本品を乾燥したものは定量するとき，チオ硫酸ナトリウム($Na_2S_2O_3$: 158.11)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は無色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中では風解し，湿った空気中で潮解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10)はチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mL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を水10mLに溶かし，希塩酸5mLを徐々に加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水15mLを加え，2分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を沸騰するまで加熱し，熱時臭素試液を加え，液が澄明となり，臭素がわずかに過量となったとき，更に煮沸して臭素を除く．冷後，フェノ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まで水酸化ナトリウム試液を滴加する．これに希酢酸2mL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)．

（3）　カルシウム　本品1.0gを水10mLに溶かし，シュウ酸アンモニウム試液2mLを加え，4分間放置するとき，液は混濁しない．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40gに硝酸3mL及び水5mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第2法により検液を調製し，試験を行う(5ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　32.0～37.0%(1g，減圧，40～45℃，16時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，水30mLに溶かし，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．

0.05mol/Lヨウ素液1mL＝15.81mg $Na_2S_2O_3$

貯法　容器　気密容器．

チオ硫酸ナトリウム注射液

Sodium Thiosulfate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチオ硫酸ナトリウム水和物($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$：248.18)を含む．

製法　本品は「チオ硫酸ナトリウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品はナトリウム塩及びチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.01EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のチオ硫酸ナトリウム水和物($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)約0.5gに対応する容量を正確に量り，水を加えて30mLとし，0.05mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1mL)．

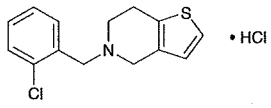
0.05mol/Lヨウ素液1mL＝24.82mg $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$

貯法　容器　密封容器．

チクロピジン塩酸塩

Ticlopidine Hydrochloride

塩酸チクロピジン



$C_{14}H_{14}ClNS \cdot HCl$：300.25

5-(2-Chlorobenzyl)-4,5,6,7-tetrahydrothieno[3,2-*c*]pyridine monohydrochloride

[*53885-35-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チクロピジン塩酸塩($C_{14}H_{14}ClNS \cdot HCl$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又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，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

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

（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.5gを塩酸のメタノール溶液(1→20000)20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，塩酸のメタノール溶液(1→20000)を加えて正確に200mLとした液を標準溶液(1)とする．別に試料溶液1mLを正確に量り，塩酸のメタノール溶液(1→20000)を加えて正確に50mLとした液を標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液(1)10μL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(1)に，試料溶液及び標準溶液(2)10μL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(2)にスポットする．次に水／1－ブタノール／酢酸(100)混液(5：4：1)の上層を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．薄層板(1)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，100℃で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(1)から得たスポットより濃くない．また，薄層板(2)をヨウ素蒸気中に30分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以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い．

（4）　ホルムアルデヒド　本品0.80gを水19.0mLに溶かし，4mol/L水酸化ナトリウム試液1.0mLを加え，よく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上層をろ過する．ろ液5.0mLをとり，アセチルアセトン試液5.0mLを加えて混和した後，40℃で40分間加温するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ホルムアルデヒド液0.54gを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする．用時製する．この液8.0mLに水を加えて20.0mLとし，ろ過する．ろ液5.0mLをとり，アセチルアセトン試液5.0mLを加え，以下同様に操作する．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，無水酢酸40mL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．

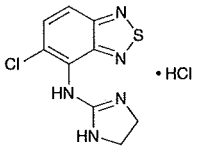
0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.03mg $C_{14}H_{14}ClNS \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

チザニジン塩酸塩

Tizanidine Hydrochloride

塩酸チザニジン



$C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$：290.17

5-Chloro-*N*-(4,5-dihydro-1*H*-imidazol-2-yl)-2,1,3-benzothiadiazole-4-amine monohydrochloride

[*64461-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チザニジン塩酸塩($C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，無水酢酸又は酢酸(100)にほとんど溶けない．

融点：約290℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の薄めた1mol/Lアンモニア試液(1→10)溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，第3法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品60mgを水／アセトニトリル混液(17：3)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(17：3)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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチザニジン以外のピークの面積は，標準溶液のチザニジンのピーク面積の1／5より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：試料注入後，約3分間は230nm，それ以降は318nm)

カラム：内径4.6mm，長さ12.5cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：水／ギ酸混液(200：1)にアンモニア水(28)を加えてpH8.5に調整する．

移動相B：アセトニトリル／移動相A混液(4：1)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 10	81 → 68	19 → 32
10 ～ 13	68	32
13 ～ 26	68 → 10	32 → 90
26 ～ 28	10	90

流量：チザニジンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチザニジンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(17：3)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たチザニジンのピーク面積が，標準溶液のピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：本品及び*p*-トルエンスルホン酸一水和物2mgずつを水／アセトニトリル混液(17：3)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，*p*-トルエンスルホン酸，チザニジンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チザニジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，105℃，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0.2gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)60mLを加え，加温して溶かす．冷後，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＝29.02mg $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

窒素

Nitrogen

N_2 : 28.01

本品は空気液化分離法により製造された窒素である．

本品は定量するとき，窒素(N_2)99.5vol%以上を含む．

性状 本品は室温，大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品1mLは温度20℃，気圧101.3kPaで水65mL又はエタノール(95)9mLに溶ける．

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで1.251gである．

確認試験 本品及び窒素1mLずつを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管又はステンレス製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピーク及び窒素から得たピークの保持時間は等しい．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

純度試験 酸素 定量法で得た本品の酸素のピーク面積は，標準混合ガスより得られた酸素のピーク面積の1／2より大きくない．

定量法 本品1.0mLを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管又はステンレス製導入管を用いて，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し，このものにつき，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，酸素のピーク面積A_Tを求める．別に混合ガス調製器に酸素1.0mLを採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に100mLとし，よく混合して標準混合ガスとする．その1.0mLにつき，本品と同様に操作し，酸素のピーク面積A_Sを求める．

窒素(N_2)の量(vol%)＝$100 - A_T / A_S$

試験条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径3mm，長さ3mの管に250～355μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5nm)を充てんする．

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：酸素の保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：混合ガス調製器に酸素1.0mLを採取し，本品を加えて100mLとし，よく混合する．その1.0mLにつき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準混合ガス1.0mLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，酸素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

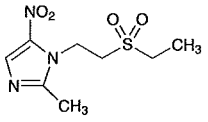
貯法

保存条件 40℃以下で保存する．

容器 耐圧密封容器．

チニダゾール

Tinidazole



$C_8H_{13}N_3O_4S$：247.27

1-[2-(Ethylsulfonyl)ethyl]-2-methyl-5-nitro-1*H*-imidazole

[*19387-91-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

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

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

融点〈*2.60*〉　125～129℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gに水100mLを加え，5分間煮沸し，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液25mLをとり，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.45mLを加える(0.043%以下)．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品50mg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．次に酢酸エチル／ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これを100℃で5分間加熱し，冷後，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2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0.35gを精密に量り，無水酢酸50mLを加えて溶かし，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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.73mg $C_8H_{13}N_3O_4S$

貯法

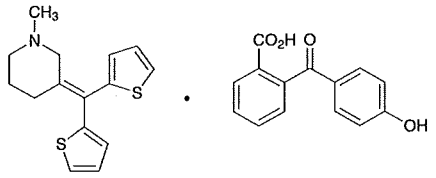
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チペピジンヒベンズ酸塩

Tipepidine Hibenzate

ヒベンズ酸チペピジン



$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$：517.66

3-(Dithien-2-ylmethylene)-1-methylpiperidine mono[2-(4-hydroxybenzoyl)benzoate]

[*31139-87-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gを硫酸5mLに溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品0.3gに水酸化ナトリウム試液10mL及び水5mLを加えて溶かし，クロロホルム20mLずつで2回抽出する．クロロホルム抽出液を合し，水10mLで洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に1mol/L塩酸試液0.5mL及び水5mLを加えて溶かす．この液2mLにライネッケ塩試液5mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　189～193℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを酢酸(100)10mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.16以下である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質

（i）　本品10mgを移動相20mL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，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(1→100)／テトラヒドロフラン混液(32：13)

流量：チペピジンの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンが溶出するまでの範囲

システム適合性

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から得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸プロピル3mg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，ヒベンズ酸，チペピジン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，チペピジンとパラオキシ安息香酸プロピルの分離度は3以上である．

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，チペピジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

（ii）　本品10mgを移動相20mL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，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／酢酸アンモニウム溶液(1→500)混液(13：7)

流量：チペピジンの保持時間が約10分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンの保持時間の範囲

システム適合性

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から得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品12mg及びキサンテン4mgを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，キサンテンの順に溶出し，チペピジンとキサンテンの分離度は3以上である．

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，チペピジンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量 〈2.41〉　0.5%以下(1g，60℃，減圧，酸化リン(V)，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1gを精密に量り，酢酸(100)40mL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3滴)．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きとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.77mg $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

チペピジンヒベンズ酸塩錠

Tipepidine Hibenzate Tablets

ヒベンズ酸チペピジン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するチペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$：517.66)を含む．

製法 本品は「チペピジンヒベンズ酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ酸塩」44mgに対応する量をとり，水5mLを加えて1分間振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液10mLを加え，クロロホルム20mLずつで2回抽出する．全抽出液を合わせ，水10mLで洗った後，クロロホルム層をろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に1mol/L塩酸試液0.2mL及び水2mLを加えて溶かし，ライネッケ塩試液5mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ酸塩」11mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)30mLを加え，時々振り混ぜながら10分間加温する．冷後，エタノール(99.5)を加えて50mLとし，ろ過する．ろ液1mLにエタノール(99.5)を加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長282～286nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)11mg当たり薄めた酢酸(100)(1→2)5mL及びメタノール15mLを加え，時々振り混ぜながら15分間加温する．冷後，1mL中にチペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)約0.44mgを含む液となるように薄めたメタノール(1→2)を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸ジブカインのメタノール溶液(1→2000)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で3時間乾燥し，その約0.11gを精密に量り，薄めたエタノール(3→4)80mLを加えて，時々加温しながら溶かす．冷後，薄めたエタノール(3→4)を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水を加えて正確に900mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長286nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに360nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1 / C \times 20$

M_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量(mg)

C：1錠中のチペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)約22mgに対応する量を精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→2)10mL及びメタノール30mLを加え，時々振り混ぜながら10分間加温する．冷後，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター(減圧，酸化リン(V)，60℃)で3時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→2)10mL及びメタノール30mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

チペピジンヒベンズ酸塩($C_{15}H_{17}NS_2$・$C_{14}H_{10}O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸ジブカインのメタノール溶液(1→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液(1→500)／アセトニトリル／2－プロパノール混液(3：2：1)

流量：チペピジンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，チペピジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

2　チペピジンヒベンズ酸塩錠

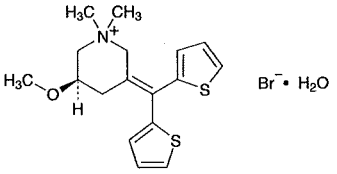
103　保存条件　遮光して保存する.
104　容器　気密容器.

チメピジウム臭化物水和物

Timepidium Bromide Hydrate

臭化チメピジウム

チメピジウム臭化物



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$: 418.41

(5*RS*)-3-(Dithien-2-ylmethylene)-5-methoxy-1,1-dimethylpiperidinium bromide monohydrate

[*35035-05-3*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チメピジウム臭化物($C_{17}H_{22}BrNOS_2$: 400.40)98.5%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．

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水100mLに溶かした液のpHは5.3～6.3である．

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)1mLにニンヒドリン・硫酸試液1mLを加えるとき，本品は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液(1→100)は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水10mL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)．

（3）　類縁物質　本品0.10g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／メタノール／水／酢酸(100)／酢酸エチル混液(5：4：1：1：1)を展開溶媒として約13cm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．

水分〈*2.48*〉　3.5～5.0%(0.4g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.6gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(2：1)60mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝40.04mg $C_{17}H_{22}BrNOS_2$

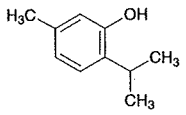
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チモール

Thymol



$C_{10}H_{14}O$：150.22

5-Methyl-2-(1-methylethyl)phenol

[*89-83-8*]

本品は定量するとき，チモール($C_{10}H_{14}O$)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の塊で，芳香性のにおいがあり，舌をやくような味がある．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水に入れると沈み，加温すると融解して水面に浮く．

確認試験

（1）　本品の酢酸(100)溶液(1→300)1mLに，硫酸6滴及び硝酸1滴を加えるとき，液は反射光で青緑色，透過光で赤紫色を呈する．

（2）　本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え，水浴中で加熱して溶かし，数分間加熱を続けるとき，液は徐々に淡黄赤色を呈し，これを室温に放置するとき，暗黄褐色となる．この液にクロロホルム2～3滴を加えて振り混ぜるとき，液は次第に紫色を呈する．

（3）　本品に等量のカンフル又はメントールを加えてすり混ぜるとき，液化する．

融点 〈*2.60*〉　49～51℃

純度試験

（1）　不揮発性残留物　本品2.0gを水浴上で加熱して揮散し，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0mg以下である．

（2）　他のフェノール類　本品1.0gに温湯20mLを加えて1分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は緑色を呈しても，青色～紫色を呈しない．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水50mL及び希硫酸20mLを加え，氷水中で30分間冷却する．次に0.05mol/L臭素液20mLを正確に加え，直ちに密栓して暗所で時々振り混ぜながら氷水中に30分間放置した後，ヨウ化カリウム試液14mL及びクロロホルム5mLを加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を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3mL)．ただし，滴定の終点近くでは密栓して激しく振り混ぜ，終点はクロロホルム層の青色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05mol/L臭素液1mL＝3.756mg $C_{10}H_{14}O$

貯法

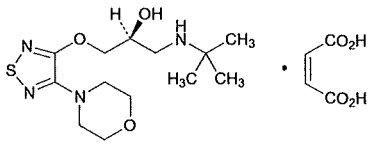
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

チモロールマレイン酸塩

Timolol Maleate

マレイン酸チモロール



$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$：432.49

(2*S*)-1-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-3-(4-morpholin-4-yl-1,2,5-thiadiazol-3-yloxy)propan-2-ol monomaleate

[*26921-17-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チモロールマレイン酸塩($C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約197℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－5.7～－6.2°(乾燥後，1.25g，1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.8～4.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長440nmにおける吸光度は0.05以下である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品30mgを移動相20mL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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ヘキサンスルホン酸ナトリウム1.9gを水1800mLに溶かし，トリエチルアミン6.0mL及びギ酸8.0mLを加え，更にギ酸を加えてpH3.0に調整した後，水を加えて2000mLとする．この液1400mLにメタノール500mL及びアセトニトリル100mLを加える．

流量：チモロールの保持時間が約18分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチモロールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液25μLから得たチモロールのピーク面積が，標準溶液のチモロールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液25μLにつき，上記の条件で操作するとき，チモロールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，チモロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，100℃，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0.8gを精密に量り，酢酸(100)90mL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．

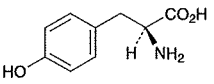
0.1mol/L過塩素酸1mL＝43.25mg $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　気密容器．

L−チロシン

L-Tyrosine

L−チロジン



$C_9H_{11}NO_3$：181.19

(2*S*)-2-Amino-3-(4-hydroxyphenyl)propanoic acid

[*60-18-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L−チロシン($C_9H_{11}NO_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−10.5～−12.5°(乾燥後，2.5g，1mol/L塩酸試液，50mL，100mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液20mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸12mL及び水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0.30mLに希硝酸12mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gを希塩酸5mLに溶かし，水を加えて45mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸5mL及び水を加えて45mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液5mLずつを加える(0.028%以下)．

（4）　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)．

（5）　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1.0mLを加える(10ppm以下)．

（6）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0gをとり，第3法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（7）　類縁物質　本品0.20gを薄めたアンモニア水(28)(1→2)10mLに溶かし，水を加えて20mLとし，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10mLとし，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1−プロパノール／アンモニア水(28)混液(67：33)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1g，105℃，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0.18gを精密に量り，ギ酸6mLに溶かし，酢酸(100)50mL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＝18.12mg $C_9H_{11}NO_3$

貯法　容器　気密容器．

チンク油

Zinc Oxide Oil

本品は定量するとき，酸化亜鉛(ZnO：81.38)45.0～55.0%を含む．

製法

酸化亜鉛	500g
植物油	適量
全量	1000g

以上をとり，研和して製する．ただし，植物油の一部の代わりに「ヒマシ油」又はポリソルベート20適量を用いることができる．

性状　本品は白色～類白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験　本品をよく混和し，その0.5gをるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2～3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛)．

定量法　本品をよく混和し，その約0.8gを精密に量り，るつぼに入れ，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水1mL及び塩酸1.5mLを加えて溶かした後，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水80mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→50)を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加えた後，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(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)．

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

貯法　容器　気密容器．

ツバキ油

Camellia Oil

OLEUM CAMELLIAE

椿油

本品はヤブツバキ(ツバキ)*Camellia japonica* Linné (*Theaceae*)の種皮を除いた種子から得た脂肪油である.

性状　本品は無色～微黄色澄明の油で，ほとんどにおい及び味がない.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール(95)に溶けにくい.

本品は－10℃で一部分，－15℃で全部凝固する.

比重　d_{25}^{25}：0.910～0.914

確認試験　本品2mLにあらかじめ室温にまで冷却した発煙硝酸／硫酸／水混液(1：1：1)10mLを穏やかに加えるとき，境界面は帯青緑色を呈する.

酸価〈*1.13*〉　2.8以下.

けん化価〈*1.13*〉　188～194

不けん化物〈*1.13*〉　1.0%以下.

ヨウ素価〈*1.13*〉　78～83

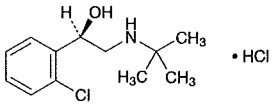
貯法　容器　気密容器.

5 0940

ツロブテロール塩酸塩

Tulobuterol Hydrochloride

塩酸ツロブテロール



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$: 264.19

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-2-(1,1-dimethylethyl)aminoethanol monohydrochloride

[*56776-01-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ツロブテロール塩酸塩($C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$)98.5%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．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約163℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)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→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.30gをメタノール5mL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．薄層板は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，酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(200：9)の上層を用いて，あらかじめ上端まで展開した後，風乾する．これに試料溶液及び標準溶液5μLずつをスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)混液(200：9)の上層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及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，60℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

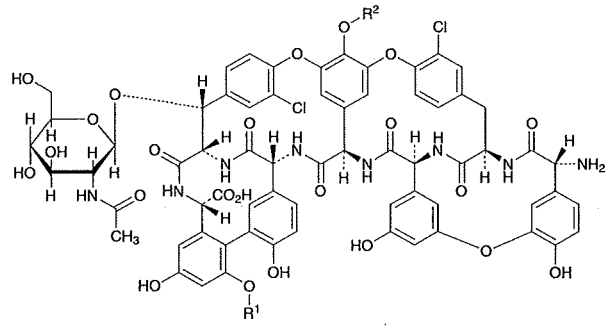
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.42mg $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$

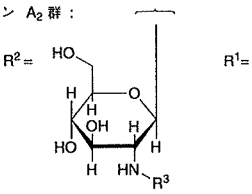
貯法　容器　気密容器．

1 テイコプラニン

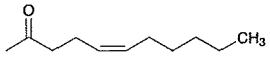
2 Teicoplanin



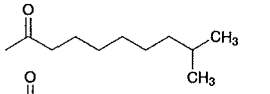
テイコプラニン A_2 群：



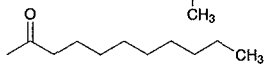
テイコプラニン $A_{2\text{-}1}$ ： R^3 =



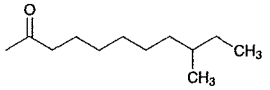
テイコプラニン $A_{2\text{-}2}$ ： R^3 =



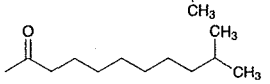
テイコプラニン $A_{2\text{-}3}$ ： R^3 =



テイコプラニン $A_{2\text{-}4}$ ： R^3 =



テイコプラニン $A_{2\text{-}5}$ ： R^3 =



3 テイコプラニン $A_{3\text{-}1}$ ： R^2 = H

4 テイコプラニン　A_{2-1}

5 $C_{88}H_{95}Cl_2N_9O_{33}$：1877.64

6 (3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-

7 Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-

8 22,31-dichloro-56-[2-(4*Z*)-dec-4-enoylamino-2-deoxy-β-

9 D-glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-

10 mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-

11 2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-

12 tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-

13 dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-

14 4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-28*H*-

15 [1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-

16 benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

17 [*91032-34-7*]

18 テイコプラニン　A_{2-2}

19 $C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$：1879.66

20 (3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-

21 Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-

22 22,31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(8-methylnonanoylamino)-β-D-

23 glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-

24 mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-

25 2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-

26 1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-

27 bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-

28 28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-

29 benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

30 [*91032-26-7*]

31 テイコプラニン　A_{2-3}

32 $C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$：1879.66

33 (3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-

34 2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-

35 56-(2-decanoylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-

36 6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-

37 2,16,36,50,51,59-hexaoxo-

38 2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-

39 1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-

40 bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-

41 28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-

42 benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

43 [*91032-36-9*]

44 テイコプラニン　A_{2-4}

45 $C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$：1893.68

46 (3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-

47 Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-

48 22,31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(8-methyldecanoylamino)-β-D-

49 glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-

50 mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-

51 2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-

52 1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-

53 bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-

54 28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-

55 benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

56 [*91032-37-0*]

57 テイコプラニン　A_{2-5}

58 $C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$：1893.68

59 (3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-

60 Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-

61 22,31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(9-methyldecanoylamino)-β-D-

62 glucopyranosyloxy]-6,11,40,44-tetrahydroxy-42-(α-D-

63 mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-

64 2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-

65 1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-

66 bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetrametheno-

67 28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosino[4,5-*m*][10,2,16]-

68 benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

69 [*91032-38-1*]

テイコプラニン A_{3-1}

$C_{72}H_{68}Cl_2N_8O_{28}$：1564.25

(3*S*,15*R*,18*R*,34*R*,35*S*,38*S*,48*R*,50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-β-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22,31-dichloro-6,11,40,44,56-pentahydroxy-42-(α-D-mannopyranosyloxy)-2,16,36,50,51,59-hexaoxo-2,3,16,17,18,19,35,36,37,38,48,49,50,50a-tetradecahydro-1*H*,15*H*,34*H*-20,23:30,33-dietheno-3,18:35,48-bis(iminomethano)-4,8:10,14:25,28:43,47-tetramethenodibenzoxadiazacyclotetracosino[4,5-*m*][10,2,16]-28*H*-[1,14,6,22]dioxadiazacyclooctacosine-38-carboxylic acid

[*93616-27-4*]

[*61036-62-2*, テイコプラニン]

本品は，*Actinoplanes teichomyceticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水，脱塩化ナトリウム及び脱残留溶媒物1mg当たり900～1120μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，テイコプラニン($C_{72\sim89}H_{68\sim99}Cl_2N_{8\sim9}O_{28\sim33}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール(95)，アセトン，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→100)1mLにニンヒドリン試液2mLを加え，5分間加温するとき，液は青紫色を呈する．

(2) 本品の水溶液(3→100)1mLにアントロン試液2mLを徐々に加えて穏やかに振り混ぜるとき，液は暗褐色を呈する．

(3) 本品及びテイコプラニン標準品につき，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テイコプラニ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．

pH〈2.54〉 本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは6.3～7.7である．

成分含量比 本品約20mgを水に溶かして10mLとし，試料溶液とする．試料溶液20μL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，自動積分法によりテイコプラニンA_2群のピーク面積の和S_aテイコプラニンA_3群のピーク面積の和S_b及びその他の成分のピーク面積の和S_cを測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，テイコプラニンA_2群は80.0%以上，テイコプラニンA_3群は15.0%以下，及びその他の成分は5.0%以下である．なお，テイコプラニンの各成分の溶出順及びテイコプラニンA_{2-2}に対する各成分の相対保持時間は次のとおりである．

成分名	溶出順	相対保持時間
テイコプラニンA_3群		≦0.42
テイコプラニンA_{3-1}	1	0.29
テイコプラニンA_2群		0.42<，≦1.25
テイコプラニンA_{2-1}	2	0.91
テイコプラニンA_{2-2}	3	1.00
テイコプラニンA_{2-3}	4	1.04
テイコプラニンA_{2-4}	5	1.17
テイコプラニンA_{2-5}	6	1.20
その他の成分		1.25<

テイコプラニンA_2群の量(%)$= S_a/(S_a+0.83S_b+S_c)\times 100$

テイコプラニンA_3群の量(%)

$=0.83S_b/(S_a+0.83S_b+S_c)\times 100$

その他の成分の量(%)$= S_c/(S_a+0.83S_b+S_c)\times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水1650mLに溶かし，アセトニトリル300mLを加え，水酸化ナトリウム試液を用いてpH6.0に調整し，更に水を加えて2000mLとする．

移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.80gを水550mLに溶かし，アセトニトリル1400mLを加え，水酸化ナトリウム試液を用いてpH6.0に調整し，更に水を加えて2000mLとする．

移動相の送液：試料注入前10分間は移動相Aを送液し，試料注入後は移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 32	100 → 70	0 → 30
32 ～ 40	70 → 50	30 → 50
40 ～ 42	50 → 100	50 → 0

流量：毎分約1.8mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテイコプラニンA_{2-2}の保持時間の約1.7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液から得たテイコプラニンA_{2-2}のピーク高さがフルスケールの約90%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，テイコプラニンA_{3-1}のピークのシンメトリー係数は2.2以下である．

システムの再現性：試料溶液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，テイコプラニンA_{2-2}のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験

(1) 溶状 別に規定する．

(2) 塩化ナトリウム 本品約0.5gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉し(指示薬：クロム酸カリウム試液1mL)，塩化ナトリウムの量を求めるとき，5.0%以下である．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

（3） 重金属 別に規定する．

（4） ヒ素 別に規定する．

（5） 残留溶媒〈2.46〉 本品約0.1gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別に，メタノール及びアセトン約1gずつを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液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100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液4μL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，自動積分法により試料溶液のメタノールのピーク面積A_1及びアセトンのピーク面積A_2，標準溶液のメタノールのピーク面積A_{S1}及びアセトンのピーク面積A_{S2}を測定し，次式により本品中のメタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ0.5%以下及び1.0%以下である．

メタノールの量(%)

$$= M_{S1} \times A_1 / A_{S1} \times 0.001 \times 1 / M_T \times 100$$

アセトンの量(%)

$$= M_{S2} \times A_2 / A_{S2} \times 0.001 \times 1 / M_T \times 100$$

M_{S1}：メタノールの秤取量(g)

M_{S2}：アセトンの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径2mm，長さ3mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物を150～180μmのガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボンに0.1%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70℃付近の一定温度で注入し，4分間保った後，210℃になるまで1分間に8℃の割合で昇温する．

検出器温度：240℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：メタノールの保持時間が約2分，アセトンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液4μLから得たアセトンのピーク高さが，フルスケール付近になることを確認する．

システムの性能：標準溶液4μLにつき，上記の条件で操作するとき，メタノール，アセトンの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液4μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，アセトンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈2.48〉 15.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈4.01〉 0.75EU/mg(力価)未満．

血圧降下物質 別に規定する．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ii） 培地 培地(1)の1)のiを用いる．

（iii） 標準溶液 テイコプラニン標準品約50mg(力価)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50mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，14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160μg(力価)及び40μg(力価)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．

（iv） 試料溶液 本品約50mg(力価)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50mL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160μg(力価)及び40μg(力価)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．

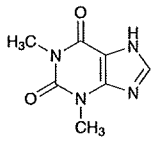
貯法

保存条件 遮光して，5℃以下で保存する．

容器 気密容器．

テオフィリン

Theophylline



$C_7H_8N_4O_2$：180.16

1,3-Dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)–dione

[*58-55-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)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*N*,*N*−ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　271～275℃

純度試験

（1）　酸　本品0.5gに水75mL，0.01mol/L水酸化ナトリウム液2.0mL及びメチルレッド試液1滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.10gを*N*,*N*−ジメチルホルムアミド3mLに溶かし，メタノール10mLを加え，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．次にアセトン／クロロホルム／メタノール／1−ブタノール／アンモニア水(28)混液(3：3：2：2：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

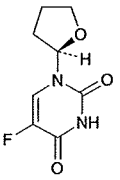
定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水100mLに溶かし，0.1mol/L硝酸銀液20mLを正確に加え，振り混ぜた後，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝18.02mg $C_7H_8N_4O_2$

貯法　容器　密閉容器．

テガフール

Tegafur



及び鏡像異性体

$C_8H_9FN_2O_3$：200.17

5-Fluoro-1-[(2*RS*)-tetrahydrofuran-2-yl]uracil

[*17902-23-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テガフール($C_8H_9FN_2O_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)にやや溶けにくい．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品の0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，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．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をメタノール／アセトン混液(1：1)から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき同様の試験を行う．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5gを水50mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

融点〈*2.60*〉　166～171℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.2gを希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．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.8gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，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0.25mLを加える(0.011%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，白金るつぼを用い，750～850℃で強熱して灰化する(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.10g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5μL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／エタノール(95)混液(5：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水75mLに溶かし，1／60 mol/L臭素酸カリウム液25mLを正確に加える．次に臭化カリウム1.0g及び塩酸12mLを速やかに加え，直ちに密栓して時々振り混ぜながら30分間放置した後，ヨウ化カリウム1.6gを加え，穏やかに振り混ぜ，正確に5分間放置し，遊離したヨウ素を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2mL)．同様の方法で空試験を行う．

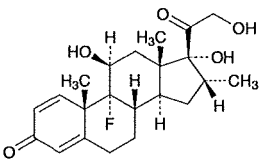
1／60 mol/L臭素酸カリウム液1mL＝10.01mg $C_8H_9FN_2O_3$

貯法　容器　気密容器．

デキサメタゾン

Dexamethasone

デキサメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione

[*50-02-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デキサメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)97.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約245℃(分解)．

確認試験

（1）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品1mgをエタノール(95)10mLに溶かす．この液2mLに塩酸フェニルヒドラジニウム試液10mLを加え，振り混ぜた後，60℃の水浴中で20分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール(95)2mL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デキサメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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デキサメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びデキサメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋86～＋94°(乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　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3.0mLを加える(30ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.18gをアセトニトリル100mLに溶かす．この液33mLをとり，ギ酸アンモニウム1.32gを水1000mLに溶かし，ギ酸を加えてpH3.6に調整した液を加えて100mLとし，試料溶液とする．試料溶液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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデキサメタゾン以外のピークの面積は，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のデキサメタゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム1.32gを水1000mLに溶かし，ギ酸を加えてpH3.6に調整する．この液670mLにアセトニトリル330mLを加える．

流量：デキサメタゾンの保持時間が約13分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデキサメタゾンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液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から得たデキサメタゾンのピーク面積が，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デキサメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.2g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.2g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びデキサメタゾン標準品を乾燥し，その約10mgずつを精密に量り，それぞれを薄めたメタノール(1→2)70mLに溶かし，内標準溶液5mLずつを正確に加えた後，薄めたメタノール(1→2)を加えて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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

デキサメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：デキサメタゾン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

　　カラム温度：25℃付近の一定温度
　　移動相：水／アセトニトリル混液(2：1)
　　流量：デキサメタゾンの保持時間が約6分になるように調整する．
　システム適合性
　　システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．
　　システムの再現性：標準溶液10μL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デキサメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

デキストラン40

Dextran 40

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約40000である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン40 98.0～102.0%を含む．

性状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

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けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液(1→3000)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

ｐＨ 〈*2.54*〉 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物 〈*1.03*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)．

（3） 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)．

（4） ヒ素 〈*1.11*〉 本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下)．

（5） 窒素 本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 によって試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，0.010%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は10mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする．

（6） 還元性物質 本品を乾燥し，その3.00gを正確に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その0.450gを正確に量り，水に溶かし，正確に500mLとし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ5mLずつを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．それぞれの液5mLを正確に量り，アルカリ銅試液5mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液(1→40)1mL及び希硫酸1.5mLを加え，0.005mol/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2mL)．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 5.0%以下(1g，105℃，6時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

エンドトキシン 〈*4.01*〉 2.5EU/g未満．

粘度 〈*2.53*〉

（1） デキストラン40 本品を乾燥し，その0.2～0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25℃で第1法により試験を行うとき，極限粘度は0.16～0.19である．

（2） 高分子分画 本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに7～10%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，80～90mL)を徐々に加える．次に35℃の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1℃で15時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.27以下である．

（3） 低分子分画 本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに90～93%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，115～135mL)を徐々に加える．次に25℃で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.09以上である．

抗原性試験 本品10.0gを生理食塩液に溶かして100mLとし，滅菌し，試料溶液とする．体重250～300g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，第3日目及び第5日目に試料溶液1.0mLずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清0.10mL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匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液0.20mL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対しては馬血清0.20mLを静脈内に注射する．注射後30分間及び24時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの4匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3匹以上が死亡する．

定量法 本品を乾燥し，その約3gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法 〈*2.49*〉 により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

デキストラン40の量(mg)＝α_D×253.8

貯法 容器 気密容器．

デキストラン40注射液

Dextran 40 Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，デキストラン40 9.5～10.5w/v%を含む．

製法

デキストラン40	10g
生理食塩液	適量
全量	1000mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性状　本品は無色澄明の液で，わずかに粘性がある．

確認試験

（1）　本品1mLに水を加えて200mLとし，この液1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても，液の色は変化しない．

（2）　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　4.5～7.0

粘度〈*2.53*〉　本品2～5mLを量り，生理食塩液を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び生理食塩液につき，25℃で第1法により試験を行うとき，極限粘度は0.16～0.19である．ただし，試料溶液の濃度(g/100mL)は，定量法を準用して求める．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50EU/mL未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法　本品30mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により20±1℃，層長100mmで旋光度α_Dを測定する．

本品100mL中のデキストラン40の量(mg)＝α_D×846.0

貯法

保存条件　温度変化の著しい場所での保存は避ける．

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

デキストラン70

Dextran 70

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約70000である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン70 98.0～102.0%を含む．

性状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

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けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液(1→3000)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

ｐＨ 〈*2.54*〉 本品3.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物 〈*1.03*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)．

（3） 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)．

（4） ヒ素 〈*1.11*〉 本品1.5gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1.3ppm以下)．

（5） 窒素 本品を乾燥し，その約2gを精密に量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 によって試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は0.010%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は10mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする．

（6） 還元性物質 本品を乾燥し，その3.00gを正確に量り，水に溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その0.300gを正確に量り，水に溶かし，正確に500mLとし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ5mLずつを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．それぞれの液5mLを正確に量り，アルカリ銅試液5mLを正確に加え，水浴中で15分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液(1→40)1mL及び希硫酸1.5mLを加え，0.005mol/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2mL)．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 5.0%以下(1g，105℃，6時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

粘度 〈*2.53*〉

（1） デキストラン70 本品を乾燥し，その0.2～0.5gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25℃で第1法により試験を行うとき，極限粘度は0.21～0.26である．

（2） 高分子分画 本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに7～10%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，75～85mL)を徐々に加える．次に35℃の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1℃で15時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.35以下である．

（3） 低分子分画 本品を乾燥し，その約6gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，フラスコに移し，25±1℃でかき混ぜながら，これに90～93%の沈殿を得るのに必要な量のメタノール(通例，110～130mL)を徐々に加える．次に25℃で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，(1)を準用して極限粘度を求めるとき，0.10以上である．

抗原性試験 本品6.0gを生理食塩液に溶かして100mLとし，滅菌し，試料溶液とする．体重250～300g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，第3日目及び第5日目に試料溶液1.0mLずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清0.10mL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匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液0.20mL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対しては馬血清0.20mLを静脈内に注射する．注射後30分間及び24時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの4匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3匹以上が死亡する．

発熱性物質 〈*4.04*〉 本品6.0gを生理食塩液に溶かして100mLとした液につき，試験を行うとき，適合する．

定量法 本品を乾燥し，その約3gを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法 〈*2.49*〉 により20±1℃，層長100mmで旋光度 α_D を測定する．

デキストラン70の量(mg)＝α_D×253.8

貯法 容器 気密容器．

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ5

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 5

デキストラン硫酸ナトリウム イオウ5

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液(3→50)0.05mLをトルイジンブルー溶液(1→100000)10mLに滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（2） 本品の水溶液(1→1500)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

（3） 本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1) 〈*1.09*〉を呈する．

旋光度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋135.0～＋155.0°(乾燥物に換算したもの1.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ 〈*2.54*〉 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品2.5gを水50mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420nmにおける吸光度は0.090以下である．

（2） 塩化物 〈*1.03*〉 本品0.10gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.106%以下)．

（3） 硫酸塩 〈*1.14*〉 本品0.10gを水6mLに溶かし，塩化バリウム試液0.6mLを加え，水浴中で4分間加熱する．冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし，10分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに水6mLを加え，以下同様に操作して製する(0.240%以下)．

（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)．

（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)．

イオウ含量 本品約1.0gを精密に量り，水5mLに溶かし，塩酸1.5mLを加え，水浴中で1時間加熱する．冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩化バリウム液20mLを正確に加え，メタノール5mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水70mLを加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液(1→20)10mL，塩化アンモニウム試液3mL及びアンモニア水(28)7mLを加えた後，0.02mol/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(指示薬：エリオクロムブラックT試液5滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ(S：32.07)の量は，換算した乾燥物に対し，3.0～6.0%である．

0.02mol/L塩化バリウム液1mL＝0.6414mg S

乾燥減量 〈*2.41*〉 10.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

粘度 〈*2.53*〉 本品の換算した乾燥物約1.5gに対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液(29→500)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液(29→500)につき，25±0.02℃で試験を行うとき，極限粘度は0.030～0.040である．

貯法 容器 気密容器．

デキストラン硫酸エステルナトリウム　イオウ18

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 18

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ18

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem (*Lactobacillaceae*)によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→50)0.05mLをトルイジンブルー溶液(1→100000)10mLに滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（2）　本品の水溶液(1→1500)1mLにアントロン試液2mLを加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸(1→2)1mL又は酢酸(100)1mLを加えても液の色は変化しない．

（3）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋90.0～＋110.0°(乾燥物に換算したもの1.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である．

純度試験

（1）　**塩化物**〈*1.03*〉　本品0.10gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.106%以下)．

（2）　**硫酸塩**〈*1.14*〉　本品0.10gを水6mLに溶かし，塩化バリウム試液0.6mLを加え，水浴中で4分間加熱する．冷後，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとし，10分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLに水6mLを加え，以下同様に操作して製する(0.480%以下)．

（3）　**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)．

（4）　**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)．

イオウ含量　本品約0.5gを精密に量り，水5mLに溶かし，塩酸1.5mLを加え，水浴中で1時間加熱する．冷後，水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液10mLを正確に量り，0.02mol/L塩化バリウム液20mLを正確に加え，メタノール5mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水70mLを加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液(1→20)10mL，塩化アンモニウム試液3mL及びアンモニア水(28)7mLを加えた後，0.02mol/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(指示薬：エリオクロムブラックT試液5滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ(S：32.07)の量は，換算した乾燥物に対し，15.0～20.0%である．

0.02mol/L塩化バリウム液1mL＝0.6414mg S

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

粘度〈*2.53*〉　本品の換算した乾燥物1.5gに対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液(29→500)に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液(29→500)につき，25±0.02℃で試験を行うとき，極限粘度は0.020～0.032である．

貯法　容器　気密容器．

デキストリン

Dextrin

性状　本品は白色～淡黄色の無晶性の粉末又は粒で，わずかに特異なにおいがあり，やや甘味があり，舌上においても刺激がない．

本品は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けやすく，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．

確認試験　本品0.1gに水100mLを加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液5mLにヨウ素試液1滴を加えるとき，液は淡赤褐色又は淡赤紫色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gをネスラー管にとり，水40mLを加えて加熱して溶かし，冷後，水を加えて50mLとした液は無色～淡黄色で，澄明であるか又は混濁することがあってもその濁度は次の比較液より濃くない．

比較液：0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸1mL，水46mL及び塩化バリウム試液2mLを加えて10分間放置し，振り混ぜて用いる．

（2）　酸　本品1.0gに水5mLを加え，加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水80mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液40mLに希硝酸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(0.013%以下)．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　(3)のろ液45mLに希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.019%以下)．

（5）　シュウ酸塩　本品1.0gに水20mLを加え，加熱してから溶かし，冷後，酢酸(31)1mLを加えてろ過し，ろ液5mLに塩化カルシウム試液5滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（6）　カルシウム　(5)のろ液5mLにシュウ酸アンモニウム試液5滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品0.5g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2.5mLを加える(50ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　10%以下(0.5g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(0.5g)．

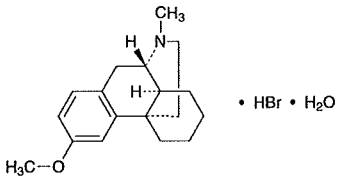
貯法　容器　密閉容器．

デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物

Dextromethorphan Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸デキストロメトルファン

デキストロメトルファン臭化水素酸塩



$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$：370.32

(9*S*,13*S*,14*S*)-3-Methoxy-17-methylmorphinan monohydrobromide monohydrate

[*6700-34-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デキストロメトルファン臭化水素酸塩($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$：352.31)98.0%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．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約126℃(116℃の浴液中に挿入し，1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける．)

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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→100)50mLにフェノールフタレイン試液2滴を加え，赤色を呈するまで，水酸化ナトリウム試液を加える．クロロホルム50mLを加えて振り混ぜた後，水層40mLをとり，希硝酸5mLを加えた液は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋26～＋30°(脱水物に換算したもの0.34g，水20mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.2～6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　ジメチルアニリン　本品0.50gに水20mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，希酢酸2mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及び水を加えて25mLとするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*,*N*－ジメチルアニリン0.10gに水400mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて500mLとする．この液5mLに水を加えて200mLとする．この液1.0mLに希酢酸2mL，亜硝酸ナトリウム試液1mL及び水を加えて25mLとする．

（3）　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)．

（4）　フェノール性化合物　本品5mgに希塩酸1滴及び水1mLを加えて溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2滴及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液2滴を加えて振り混ぜ，15分間放置するとき，液は青緑色を呈しない．

（5）　類縁物質　本品0.25g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．次にトルエン／酢酸エチル／メタノール／ジクロロメタン／13.5mol/Lアンモニア試液混液(55：20：13：10：2)を展開溶媒として約15cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，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．

水分〈*2.48*〉　4.0～5.5%(0.2g，容量滴定法，逆滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，酢酸(100)10mLに溶かし，無水酢酸40mL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．

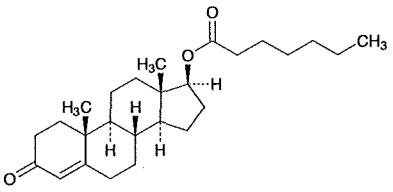
0.1mol/L過塩素酸1mL＝35.23mg $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$

貯法　容器　密閉容器．

テストステロンエナント酸エステル

Testosterone Enanthate

エナント酸テストステロン



$C_{26}H_{40}O_3$：400.59

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl heptanoate

[*315-37-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)95.0～105.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶若しくは結晶性の粉末又は微黄褐色の粘稠な液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)，1,4－ジオキサン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：約36℃

確認試験　本品25mgに水酸化カリウムのメタノール溶液(1→100)2mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で1時間加熱する．冷後，水10mLを加え，生じた沈殿を吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は151～157℃である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋77～＋88°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

純度試験　酸　本品0.5gにブロモチモールブルー試液に対して中性としたエタノール(95)10mLを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液2滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液の色は淡青色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．更にこの液10mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長241nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

テストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)の量(mg)
＝A／426 × 100000

貯法

保存条件　遮光して，30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

テストステロンエナント酸エステル注射液

Testosterone Enanthate Injection

エナント酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するテストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$：400.59)を含む．

製法　本品は「テストステロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「テストステロンエナント酸エステル」0.05gに対応する容量をとり，石油エーテル8mLを加え，薄めた酢酸(100)(7→10)10mLずつで3回抽出する．抽出液を合わせ，石油エーテル10mLで洗った後，その0.1mLに薄めた硫酸(7→10)0.5mLを加え，水浴中で5分間加熱する．冷後，これに塩化鉄(III)・酢酸試液0.5mLを加えるとき，液は青色を呈する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のテストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)約25mgに対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に25mLとする．この液3mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品約25mgを精密に量り，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5mLずつを正確に量り，イソニアジド試液10mLを正確に加え，メタノールを加えて正確に20mLとし，45分間放置する．これらの液につき，別にクロロホルム5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長380nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

テストステロンエナント酸エステル($C_{26}H_{40}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1.163$

M_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

貯法

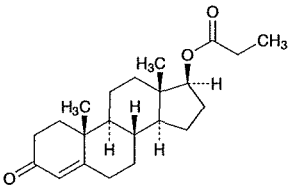
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

テストステロンプロピオン酸エステル

Testosterone Propionate

プロピオン酸テストステロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl propanoate

[*57-85-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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テストステロンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋83～＋90°(乾燥後，0.1g，エタノール(95)，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　118～123℃

純度試験　類縁物質　本品40mgをエタノール(95)2mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，エタノール(95)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(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品及びテストステロンプロピオン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100mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，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テストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

テストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液(9→100000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(7：3)

流量：テストステロンプロピオン酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，テストステロンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

テストステロンプロピオン酸エステル注射液

Testosterone Propionate Injection

プロピオン酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の92.5～107.5%に対応するテストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$：344.49)を含む．

製法 本品は「テストステロンプロピオン酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験 定量法の項の操作法に従って得た残留物にメタノール20mLを正確に加えて溶かした液を試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品1mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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ット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法

(i) クロマトグラフィー管 内径約1cm，長さ約18cmのガラス管を用い，下部にはガラスろ過器(G3)を装着する．

(ii) カラム 液体クロマトグラフィー用シリカゲル約2gをとり，ジクロロメタン5mLを加え，軽く振り混ぜる．これをジクロロメタンを用いてクロマトグラフィー管に洗い込み，液を流出させて充てんし，上部にろ紙を置く．

(iii) 標準溶液 テストステロンプロピオン酸エステル標準品を105℃で4時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20mLとする．

(iv) 試料原液 本品のテストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)約20mgに対応する容量を正確に量り，ジクロロメタンを加えて，正確に20mLとする．

(v) 操作法 試料原液2mLを正確に量り，準備したカラムに入れ，シリカゲル面まで液を流出させる．次にジクロロメタン15mLでクロマトグラフィー管の壁面を洗いながら，同様にジクロロメタンをシリカゲル面まで流出させた後，流出液は捨てる．ジクロロメタン／メタノール混液(39：1)15mLを流し，最初の流出液5mLを除き，次の流出液を集める．流出が終わったクロマトグラフィー管の下部を少量のジクロロメタンで洗い，洗液は流出液と合わせ，減圧下で溶媒を留去する．残留物にメタノールを加えて溶かし，正確に20mLとした後，この液5mLを正確に量り，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，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液5μLにつき，以下「テストステロンプロピオン酸エステル」の定量法を準用する．

テストステロンプロピオン酸エステル($C_{22}H_{32}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

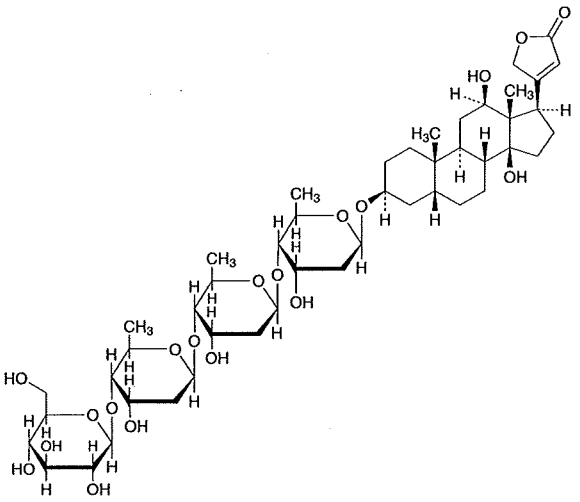
M_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 「プロゲステロン」のメタノール溶液(9→100000)

貯法 容器 密封容器．

デスラノシド

Deslanoside



$C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08

3β-[β-D-Glucopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*17598-65-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)90.0～102.0%を含む．

性状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は無水ピリジンに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLに溶かし，硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験

（1）　溶状　本品20mgにエタノール(95)10mL及び水3mLを加え，加温して溶かし，冷後水を加えて100mLとした液は，無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品10mgをとり，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品1.0mgをとり，メタノール5mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110℃で10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大きくなく，かつ濃くない．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋6.5～＋8.5°(乾燥後，0.5g，無水ピリジン，25mL，100mm)．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(0.1g)．

定量法　本品及びデスラノシド標準品を乾燥し，その約12mgずつを精密に量り，それぞれをメタノール20mLに溶かし，水を加えて正確に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5mLずつを正確に量り，それぞれを遮光した25mLのメスフラスコに入れ，2,4,6－トリニトロフェノール試液5mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)0.5mLずつを加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール(1→4)を加えて25mLとし，18～22℃で25分間放置する．これらの液につき，薄めたメタノール(1→5)5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長485nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：デスラノシド標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

1 デスラノシド注射液

2 Deslanoside 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90.0～110.0%に対応する

5　デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08)を含む．

6 **製法**　本品は「デスラノシド」をとり，10vol%エタノールに

7　溶かし，注射剤の製法により製する．本品は「グリセリン」

8　を加えることができる．ただし，本品は10vol%エタノール

9　の代わりに「エタノール」，及び「注射用水」又は「注射用

10　水(容器入り)」適量を用いて製することができる．

11 **性状**　本品は無色澄明の液である．

12　　pH：5.0～7.0

13 **確認試験**

14　（1）　本品の表示量に従い「デスラノシド」2mgに対応する

15　容量を分液漏斗にとり，この液1mLにつき塩化ナトリウム

16　を0.2gの割合で加え，クロロホルム10mLずつで3回抽出す

17　る．全クロロホルム抽出液を合わせ，均一に混和する．この

18　液15mLをとり，減圧でクロロホルムを留去し，残留物につ

19　き，「デスラノシド」の確認試験を準用する．

20　（2）　(1)の残りのクロロホルム抽出液につき，減圧でクロ

21　ロホルムを留去し，残留物をメタノール5mLに溶かし，試

22　料溶液とする．別にデスラノシド標準品1mgをメタノール

23　5mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層

24　クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及

25　び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ

26　ルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメ

27　タン／メタノール／水混液(84：15：1)を展開溶媒として約

28　13cm展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等

29　に噴霧し，110℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準

30　溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらのR_f値は等

31　しい．

32 **エンドトキシン**〈4.01〉　500EU/mg未満．

33 **採取容量**〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

34 **不溶性異物**〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

35 **不溶性微粒子**〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

36 **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，

37　適合する．

38 **定量法**　本品のデスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)約3mgに対応する容

39　量を正確に量り，メタノール5mL及び水を加えて25mLとし，

40　試料溶液とする．以下「デスラノシド」の定量法を準用する．

41　デスラノシド($C_{47}H_{74}O_{19}$)の量(mg)$=M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

42　　M_S：デスラノシド標準品の秤取量(mg)

43 **貯法**

44　保存条件　遮光して保存する．

45　容器　密封容器．

テセロイキン(遺伝子組換え)

Teceleukin (Genetical Recombination)

$C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01

[*136279-32-8*]

本品の本質はヒトインターロイキン－2 cDNAの発現により大腸菌で製造される134個のアミノ酸からなるたん白質である．

本品は水溶液である．

本品はTーリンパ球活性化作用を有する．

本品は定量するとき，1mL中7.7×10^6～1.54×10^7単位を含み，たん白質1mg当たり7.7×10^6単位以上を含む．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品適量を正確に量り，1mL中に約200単位を含むようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．テセロイキン用参照抗インターロイキン－2抗体をテセロイキン用力価測定用培地で薄め，約200中和単位/mLの濃度とし，インターロイキン－2中和抗体溶液とする．試料原液にインターロイキン－2中和抗体溶液を正確に等容量加えて振り混ぜた後，二酸化炭素5%を含む空気を充てんした培養器中で，37℃で1時間放置し，試料溶液とする．試料原液にテセロイキン用力価測定用培地を正確に等容量加えて振り混ぜた後，同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，定量法により操作し，それぞれの希釈倍数D_N及びD_Tを求め，次式により中和率を求めるとき，90%以上である．

$$中和率(\%)=(D_T-D_N)/D_T\times100$$

ただし，試料溶液について，最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値が標準曲線に対応しない場合は，中和率は下記の範囲として求める．

$$中和率(\%)>(D_T-2)/D_T\times100$$

（2）　本品のたん白質約50μgに対応する容量を，2本の加水分解用試験管にとり，それぞれ減圧で蒸発乾固し，一方を試料(1)とする．もう一方に，室温で1時間放置したギ酸／過酸化水素(30)混液(9：1)50μLを加え，4時間氷冷した後，水0.5mLを加えて減圧で蒸発乾固し，試料(2)とする．メタンスルホン酸1.3mLに，水3.7mLを加えてよく混和した後，3－(2－アミノエチル)インドール10mgを加えて溶かし，4mol/Lメタンスルホン酸溶液とする．クエン酸三ナトリウム二水和物39.2g，塩酸33mL，チオジグリコール40mL及びラウロマクロゴール溶液(1→4)4mLを水700mLに溶かし，pHを2.2に調整した後，水を加えて1000mLとし，カプリル酸100μLを加えて混和し，希釈用クエン酸ナトリウム溶液とする．試料(1)及び試料(2)に，用時製した4mol/Lメタンスルホン酸溶液50μLをそれぞれ加え，－70℃に冷却した後，減圧で脱気する．これらの試験管を減圧で融封した後，115±2℃で24時間加熱する．冷後，開封し，4mol/L水酸化ナトリウム試液50μLを加えた後，希釈用クエン酸ナトリウム溶液0.4mLを加え，それぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．別にLーアスパラギン酸，Lートレオニン，Lーセリン，Lーグルタミン酸，Lープロリン，グリシン，Lーアラニン，Lーバリン，Lーメチオニン，Lーイソロイシン，Lーロイシン，Lーチロジン，Lーフェニルアラニン，Lーリジン塩酸塩，塩化アンモニウム，Lーヒスチジン塩酸塩一水和物及びLーアルギニン塩酸塩をそれぞれ0.25mmolに対応する量，並びにLーシスチン0.125mmolに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとし，アミノ酸標準原液とする．この液1mLを正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に25mLとし，A液とする．Lートリプトファン約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に1000mLとし，B液とする．A液及びB液をそれぞれ10mLずつ正確に量って合わせ，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に50mLとし，アミノ酸標準溶液とする．別にLーシステイン酸約17mgを精密に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液に溶かし，正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に100mLとし，システイン酸標準溶液とする．試料溶液(1)及び試料溶液(2)，アミノ酸標準溶液及びシステイン酸標準溶液0.25mLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液(1)から得たクロマトグラムには，構成する18種のアミノ酸のピークを認める．また，試料溶液(1)及びアミノ酸標準溶液の各アミノ酸のピーク面積を測定し，試料溶液(1)のアラニンのモル数を5.0としてアスパラギン酸，グルタミン酸，プロリン，グリシン，メチオニン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，トリプトファン及びアルギニンの濃度を求めて各アミノ酸のモル比を算出する．また，試料溶液(2)及びシステイン酸標準溶液のシステイン酸のピーク面積を測定し，システインの濃度を求め，試料溶液(2)のアラニンのモル数を5.0として，システインのモル比を算出する．それぞれの構成するアミノ酸のモル比を求めるとき，アスパラギン酸は11.4～12.6，グルタミン酸は17.1～18.9，プロリンは4.5～5.5，グリシンは1.8～2.2，システインは2.7～3.3，メチオニンは4.5～5.5，ロイシンは20.9～23.1，チロジンは2.7～3.3，フェニルアラニンは5.4～6.6，リジンは10.5～11.6，ヒスチジンは2.7～3.3，トリプトファンは0.7～1.2及びアルギニンは3.6～4.4である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計[測定波長：440nm(プロリン)及び570nm(プロリン以外のアミノ酸)]

カラム：内径4mm，長さ25cmのステンレス管に5μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：試料注入時は50℃付近の一定温度．一定時間後に昇温し，62℃付近の一定温度

反応槽温度：98℃付近の一定温度

発色時間：約2分

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

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	18.70g	10.50g	7.10g
クエン酸三ナトリウム二水和物	7.74g	14.71g	26.67g
塩化ナトリウム	7.07g	2.92g	54.35g
エタノール(99.5)	60mL	—	—
ベンジルアルコール	—	—	10mL
チオジグリコール	5mL	5mL	—
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量
pH	3.2	4.3	4.7
全量	1000mL	1000mL	1000mL

移動相及びカラム温度の切換え：アミノ酸標準溶液0.25mLにつき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，アンモニア，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，シスチンとバリンの分離度が2.0以上，アンモニアとヒスチジンの分離度が1.5以上になるように，移動相A，B，Cを順次切り換える．また，グルタミン酸とプロリンの分離度が2.0以上になるように，一定時間後に昇温する．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物408gを水に溶かし，酢酸(100)100mL及び水を加えて1000mLとする．この液にジメチルスルホキシド1200mL及び2－メトキシエタノール800mLを加えて(Ⅰ)液とする．別にジメチルスルホキシド600mL及び2－メトキシエタノール400mLを混和した後，ニンヒドリン80g及び水素化ホウ素ナトリウム0.15gを加えて(Ⅱ)液とする．(Ⅰ)液3000mLに，20分間窒素を通じた後，(Ⅱ)液1000mLを速やかに加え，10分間窒素を通じ混和する．

移動相流量：毎分約0.275mL

反応試薬流量：毎分約0.3mL

システム適合性

システムの性能：アミノ酸標準溶液0.25mLにつき，上記の条件で操作するとき，トレオニンとセリンの分離度は1.5以上である．

(3) 2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール0.242g，ラウリル硫酸ナトリウム5.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物74mgを水60mLに溶かす．1mol/L塩酸試液でpHを8.0とした後，水を加えて100mLとし，分子量測定用緩衝液とする．本品20μLを正確に量り，分子量測定用緩衝液20μL及び2－メルカプトエタノール2μLを正確に加え，水分を蒸発させないようにして90～100℃の水浴上で5分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000)1μLを正確に加え，振り混ぜて試料溶液とする．別にテセロイキン用分子量マーカー5μLを正確に量り，水50μL，分子量測定用緩衝液55μL及び2－メルカプトエタノール5μLをそれぞれ正確に加え，水分を蒸発させないようにして90～100℃の水浴上で5分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000)1μLを正確に加え，よく振り混ぜて分子量標準溶液とする．試料溶液及び分子量標準溶液1μLにつき，SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動法により試験を行うとき，主バンドの分子量は14000～16000の範囲である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽，負荷電圧を時間について積算する装置を備え，電流，電圧及び電力の制御を行える直流電源装置．

溶液のスポット：ポリアクリルアミドゲルシートの濃縮ゲル上に，溶液をスポットする．

泳動条件

ポリアクリルアミドゲルシート：幅約43mm，長さ約50mm，厚さ約0.5mmのポリアクリルアミドゲルが密着したポリエステル・シート．ポリアクリルアミドゲルは，ゲル担体濃度7.5%，架橋度3%の濃縮ゲルと，同様にそれぞれ20%，2%の分離ゲルからなり，ゲル中にpH6.5トリス・酢酸緩衝液を含む．

電極用緩衝液：トリシン35.83g，2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール24.23g及びラウリル硫酸ナトリウム5.5gを水に溶かし，1000mLとする．

ゲル支持板の冷却温度：15℃

通電条件

前泳動時及び本泳動時：電圧，電流及び電力について，それぞれ250V，10mA及び3Wを超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

試料添加直後：電圧，電流及び電力について，それぞれ250V，1mA及び3Wを超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

泳動時間

試料添加前：負荷電圧を時間について積分した値が，60V·hに達するまで．

試料添加直後：負荷電圧を時間について積分した値が，1V·hに達するまで．

本泳動：負荷電圧を時間について積分した値が，140V·hに達するまで．

固定及び染色

無水炭酸ナトリウム25g及びホルムアルデヒド液0.8mLを水に溶かし1000mLとし，現像液とする．ポリアクリルアミドゲルシートをエタノール(99.5)／水／酢酸(100)混液(5：4：1)に2分間浸した後，水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(17：2：1)に2分間浸す．液を交換し，更に4分間浸した後，水に2分間浸してポリアクリルアミドゲルシートを洗い，液を交換し2分間浸す．以上の操作は50℃に加温して行う．次に40℃に加温しながら，薄めた硝酸銀試液(1→7)に10～15分浸した後，30℃に加温してポリアクリルアミドゲルシートを軽く水洗する．30℃に加温しながらポリアクリルアミドゲルシートを用時製した現像液に浸し，適当な発色を得た後，薄めた酢酸(100)(1→

20)にポリアクリルアミドゲルシートを浸し，発色を停止させる．

分子量の推定

分子量標準溶液から得た各バンドの，濃縮ゲルと分離ゲルの境界からの距離と，各バンドのたん白質の分子量の対数をグラフにプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，分子量を求める．

(4) 本品3μL及びテセロイキン用等電点マーカー8μLにつき，ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法により試験を行うとき，泳動位置から求められる等電点は7.4～7.9である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽及び定電力制御を行える直流電源装置．

ポリアクリルアミドゲルの調製：アクリルアミド1.62g及び*N,N'*－メチレンビスアクリルアミド50mgを水に溶かし，25mLとする．この液7.5mL及びグリセリン5gに水を加えて10mLとした液2mL並びにpH3～10用両性担体液0.64mLをそれぞれ正確に量り，よくかき混ぜながら減圧下で脱気する．次に用時製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液(1→50)74μL，*N,N,N',N'*－テトラメチルエチレンジアミン3μL及び用時製したリン酸リボフラビンナトリウム溶液(1→1000)50μLをそれぞれ正確に量り，かき混ぜた後，直ちに幅10cm，長さ11cm，厚さ0.8mmのゲル調製板に注ぎ，蛍光灯を照射して60分間放置し，ゲル化させる．

スポット

あらかじめ，ゲル調製板に幅3.5mm，長さ3.5mm，厚さ0.4mmのプラスチック製テープを貼り付け，ゲル化後形成されたこの大きさのウェルに，泳動開始から30分後に，本品又はテセロイキン用等電点マーカーを加える．

泳動条件

陰極用溶液：水酸化ナトリウム試液

陽極用溶液：DL－アスパラギン酸溶液(133→25000)

ゲル支持板の冷却温度：2±1℃

通電条件：泳動開始後20分間は10W，以後20Wの一定電力，ただし，電圧は3000V以下

泳動時間：120～140分間．ただし，泳動槽内に窒素を送風する．

固定及び洗浄

トリクロロ酢酸28.75g及び5－スルホサリチル酸二水和物8.65gをメタノール75mL及び水175mLに溶かす．この液にゲルを60分間浸し，たん白質をゲルに固定する．固定した後，水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(67：25：8)に10分間浸す．

染色及び脱色

クーマシーブリリアントブルーG－250 0.11gをエタノール(99.5)25mLに溶かし，酢酸(100)8mL及び水を加えて100mLとし，染色液とする．用時ろ過した染色液に60℃に加温しながらゲルを10分間浸し，染色した後，水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(67：25：8)に浸し，脱色する．

等電点の決定

テセロイキン用等電点マーカーから得た各バンドの陰極からの距離と各たん白質の等電点をプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，等電点を求める．

pH 〈2.54〉 2.7～3.5

純度試験

(1) 大腸菌由来たん白質 本品適量をとり，薄めた酢酸(100)(1→350)を正確に加え，1mL中にたん白質0.68～0.72mgを含む液とし，試料原液とする．2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール塩酸塩1.52g及び2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール10.94gを水に溶かし，200mLとする．ウシ血清アルブミン0.5gをこの液25mLに溶かし，2w/v%ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液とする．試料原液0.5mLを正確に量り，炭酸ナトリウム試液30μLを正確に加えてかき混ぜた後，直ちに2w/v%ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液0.47mLを正確に加えて，試料溶液とする．薄めた酢酸(100)(1→350)10mLを正確にとり，炭酸ナトリウム試液0.6mLを加え，2w/v%ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液で正確に20mLとし，希釈溶液とする．希釈溶液に大腸菌由来たん白質原液を加え，1mL中に大腸菌由来たん白質約15ngを含む液とし，標準溶液(1)とする．この液を希釈溶液で順次正確に2倍希釈し，大腸菌由来たん白質濃度の異なる標準溶液(2)～(8)とする．ウシ血清アルブミン0.5gをpH7.4の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液100mLに溶かし，洗浄溶液とする．試料溶液，標準溶液(1)～(8)及びブランク標準溶液としての希釈溶液0.1mLずつを正確に量り，それぞれ固相化プレートの3つのウェル(希釈溶液については6つのウェル)に入れ，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25℃付近の一定温度で5～16時間静置する．次に各ウェルの液を吸引除去し，洗浄溶液0.25mLを加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液0.25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．ペルオキシダーゼ標識抗体原液を1w/v%ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液で用時薄め，各ウェルに0.1mLずつを正確に加え，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25℃付近の一定温度で16～24時間静置する．次にウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液0.25mLを加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液0.25mLずつを用いて，更にこの操作を2回行う．各ウェルにテセロイキン用発色液0.1mLを正確に加えて，穏やかにかき混ぜた後，25℃付近の一定温度で遮光して30分間静置する．次に各ウェルに薄めた硫酸(3→50)0.1mLを正確に加えて水平方向に揺り動かして混ぜる．これらの液につき，波長450nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}並びに波長510nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}を測定する．横軸に，大腸菌由来たん白質の濃度(ng/mL)を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，各標準溶液から得た値($A_{S2}-A_{S1}$)をプロットし，標準曲線を作成する．試料溶液から得た値($A_{T2}-A_{T1}$)を標準曲線に対応させて，試料溶液中の大腸菌由来たん白質濃度Aを求め，平均し，次式により本品中のたん白質1mg当たりの大腸菌由来たん白質の量を求めるとき，大

腸菌由来たん白質は5ng以下である．

たん白質1mg当たりの大腸菌由来たん白質の量(ng)＝A/C

C：試料溶液中のたん白質濃度(mg/mL)

なお，希釈溶液から得た吸光度につき，次式から求めた吸光度を標準曲線に対応させて求めた大腸菌由来たん白質濃度が0.3ng/mL以下のとき，試験を有効とする．

検出限界における吸光度

$$=\overline{X}+3.3\times\sqrt{\left\{\sum_{i=1}^{6}(Xi-\overline{X})^2\right\}/(6-1)}$$

X_i：希釈溶液から得た個々の吸光度

$\overline{X}$：希釈溶液から得た吸光度の平均値

6：マイクロプレート中の希釈溶液を入れたウェル数

(2) テトラサイクリン塩酸塩　試験菌*Micrococcus luteus* ATCC 9341をテセロイキン用試験菌移植培地斜面に，2回連続して35～37℃で継代培養したものを，滅菌精製水を加えて100倍に薄め，試験菌液とする．試験菌液は5℃以下に保存し，5日以内に使用する．試験菌液に滅菌精製水を加えて段階的に希釈し，その適量をテセロイキン用普通カンテン培地100mLに加えて予備試験を行い，テトラサイクリン塩酸塩を1mL中に0.5μg(力価)含む標準溶液に対し阻止円を示す量を定めておき，この量を，一度溶かして45～50℃に冷却したテセロイキン用普通カンテン培地100mLに加えて混合する．この液25mLを，135×95mmの角形ペトリ皿に分注し，水平に広げて固化する．このカンテン培地に，直径6mmのウェルを適当数作り，試験用平板とする．テセロイキン用普通カンテン培地100mLに加える試験菌液の量は，0.25～1.0mLとする．テトラサイクリン塩酸塩標準品適量を正確に量り，水で正確に薄め，1mg(力価)/mLの濃度の明らかな液を作る．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，4，2，1及び0.5μg(力価)/mLの濃度の標準溶液とする．別に本品を，必要ならば薄めた酢酸(100)(3→1000)で希釈，又は減圧濃縮し，たん白質濃度0.8～1.2mg/mLとし，試料溶液とする．試料溶液及び各標準溶液25μLずつを正確に量り，同一の試験用平板のウェルにそれぞれ加える．3枚以上の試験用平板について同様に操作する．各試験用平板を室温で30～60分間放置した後，35～37℃で16～18時間培養し，各阻止円の直径を0.25mmまで測定する．それぞれの液について，試験用平板間の平均値を求める．

横軸に各標準溶液の濃度を対数目盛でとり，縦軸に阻止円の直径をとったグラフにプロットし，標準曲線を作成する．本品の阻止円の直径を標準曲線に対応させて，本品中のテトラサイクリン塩酸塩の濃度Aを求める．次式により本品中のたん白質1mg当たりのテトラサイクリン塩酸塩の量を求めるとき，0.7μg(力価)以下である．ただし，阻止円を認めないか，認めてもその直径が0.5μg(力価)/mLの標準溶液のものより小さい場合，Aを0.5μg(力価)/mL以下とする．

たん白質1mg当たりのテトラサイクリン塩酸塩
($C_{22}H_{24}N_2O_8\cdot HCl$)の量[μg(力価)]
$=A/P$

P：試料溶液のたん白質濃度(mg/mL)

(3) デスメチオニル体　本品適量に水を加え，たん白質濃度約0.17mg/mLとし，試料溶液とする．この液1.2mL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．テセロイキンのピーク面積A_2及びテセロイキンに対する相対保持時間約0.8のデスメチオニル体のピーク面積A_1を自動積分法により測定し，次式によりデスメチオニル体の量を求めるとき，1.0%以下である．

デスメチオニル体の量(%)＝$A_1/(A_1+A_2)\times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径7.5mm，長さ7.5cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんし，そのカラム2本を直列に接続する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：ジエタノールアミン0.658gを水400mLに混和し，1mol/L塩酸試液を加えてpH9.0に調整した後，水を加えて500mLとする．

移動相B：pH6～9用両性担体液2.6mL及びpH8～10.5用両性担体液0.5mLに水300mLを加えた後，薄めた塩酸(9→100)を加えてpH7に調整した後，水を加えて400mLとする．

移動相の切換え及び試料注入方法：移動相Aを送液しながら試料溶液を注入する．試料溶液は0.11mLずつ10回繰り返し注入し，更に，100μLを1回注入する．全量注入後，60分間移動相Aを送液した後，移動相Bを送液する．試料溶液を測定した後，カラムの後処理及び洗浄のために，1mol/L塩化ナトリウム試液を10分間送液した後，移動相Aを送液しながら水酸化ナトリウム試液100μLを注入し，55分間後に次の試料溶液の注入を開始する．

流量：テセロイキンの保持時間が45～65分になるように，移動相Bの流量を調整する．ただし，保持時間は，移動相Bに切り換えた時点から測定する．

システム適合性

システムの性能：ウマ心臓由来で等電点が6.76及び7.16の2種ミオグロビンの混合物を水に溶かし，約0.5mg/mLの濃度とする．この液50μL，本品50μL及び水1.47mLを混和する．この液1.2mLにつき，上記の条件で操作するとき，ミオグロビン，テセロイキンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離する．

(4) 二量体　本品20μLに0.2%ラウリル硫酸ナトリウム試液20μLを加えて試料溶液とする．この液20μL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．テセロイキンのピーク面積A_2及びテセロイキンに対する相対保持時間0.8～0.9の二量体のピーク面積A_1を自動積分法により測定し，次式により二量体の量を求めるとき，1.0%以下である．

二量体の量(%)＝$A_1/(A_1+A_2)\times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)
カラム：内径7.5mm，長さ60cmのステンレス管に粒径10μmの液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gをpH7.0の0.1mol/Lリン酸ナトリウム緩衝液に溶かし，1000mLとする．
流量：テセロイキンの保持時間が30～40分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：炭酸脱水酵素5mg及びα－ラクトアルブミン5mgを水100mLに溶かした液20μLに，0.2%ラウリル硫酸ナトリウム試液20μLを加える．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，炭酸脱水酵素，α－ラクトアルブミンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．
システムの再現性：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとした液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，テセロイキンのピーク面積の相対標準偏差は7%以下である．

(5)　その他の異種たん白質　本品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，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，テセロイキン及び溶媒のピーク以外のピークの合計量は，1.0%以下である．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相A：トリフルオロ酢酸の水／アセトニトリル混液(19：1)溶液(1→1000)
移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル溶液(7→10000)
移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 12	60 → 50	40 → 50
12 ～ 25	50	50
25 ～ 45	50 → 0	50 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：1.0mL/分
面積測定範囲：テセロイキンの保持時間の約1.2倍の範囲

システム適合性
システムの性能：本品83.6μLに水3.8μL及びポリソルベート80溶液(1→100)16.6μLを加え，1時間以上静置する．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，テセロイキンのピークに対する相対保持時間約0.98のピークとテセロイキンのピークは完全に分離する．

(6)　酢酸　本品0.25mLを正確に量り，内標準溶液0.25mLを正確に加え，試料溶液とする．別に酢酸(100)3mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えて標準溶液とする．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，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Q_T及びQ_Sを求め，次式により本品1mL中の酢酸($C_2H_4O_2$)の量を求めるとき，2.85～3.15mgである．

本品1mL中の酢酸($C_2H_4O_2$)の量(mg)
$= Q_T / Q_S \times 1.5 \times 1.049 \times 2$

1.5：標準溶液の酢酸(100)濃度(μL/mL)
1.049：25℃における酢酸(100)の密度(mg/μL)
2：希釈倍率

内標準溶液　薄めたプロピオン酸(1→500)
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径1.2mm，長さ40mのガラス管の内面に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを化学結合させて被覆し，厚さ1.0μmとしたもの．
カラム温度：110℃付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：酢酸の保持時間が約8分となるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液1μL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酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は5%以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　たん白質1mg当たり5EU未満．

比活性　本品適量を正確に量り，1mL中に約0.1mgを含むように正確に水を加え，試料溶液とする．別に定量用ヒト血清アルブミン約25mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，0.05，0.10及び0.15mg/mLの濃度の標準溶液とする．試料溶液，各標準溶液及び水それぞれ1mLずつを正確に量り，アルカリ性銅溶液2.5mLを加えて振り混ぜ，10分以上放置して溶かし，水2.5mL及び薄めたフォリン試液(1→2)0.5mLを正確に加え，直ちに激しく振り混ぜ，37℃で30分間放置する．これらの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750nmにおける吸光度を測定する．標準溶液の濃度をx，吸光度をyとし，それぞれの逆数を用いて直線回帰を行い，本品のたん白質量を求める．
定量法により求めた力価とたん白質量の比を求める．

定量法　本品適量を正確に量り，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10～50単位／mLの一定濃度(推定値)とし，試料溶液とする．別にインターロイキン－2標準品に滅菌精製水1mLを正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加

えて正確に薄め，10～50単位/mLの一定濃度とし，標準溶液とする．テセロイキン用力価測定用培地を，マイクロプレートの8個のウェルを除く全ウェルに正確に50μLずつ加える．試料溶液及び標準溶液を正確に50μLずつ，それぞれについてテセロイキン用力価測定用培地を入れた2個のウェルに加える．それら4個のウェルから正確に50μLずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな4個のウェルに加える．更に，それら4個のウェルから正確に50μLずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな4個のウェルに加える操作を繰り返し，試料溶液及び標準溶液のそれぞれ1／2，1／4，1／8，1／16，1／32，1／64，1／128及び1／256の希釈液を2ウェルずつ作る．空の8個のウェルに標準溶液50μLずつを加え，最大取込み対照液とする．テセロイキン用力価測定用培地のみを加えたウェル8個を最小取込み対照液とする．テセロイキン用細胞懸濁液をマイクロプレートの全ウェルに正確に50μLずつを加えた後，二酸化炭素5%を含む空気を充てんした培養器中で，37℃で15～17時間放置する．MTT試液をマイクロプレートの全ウェルに正確に25μLずつ加えた後，二酸化炭素5%を含む空気を充てんした培養器中で，37℃で4時間放置する．マイクロプレートの各ウェルの培養液を，それぞれ空のマイクロプレートに移す．培養液を除去して空になったマイクロプレートの各ウェルに，塩酸・2－プロパノール試液100μLずつを加え，マイクロプレートを5分間水平方向に揺り動かして混ぜ，色素を溶出させる．移しかえた培養液を元の各ウェルに戻した後，各ウェルの液について，波長560nmにおける吸光度と波長690nmにおける吸光度の差を測定し，それぞれ同一の溶液2ウェル(試料溶液及び標準溶液の希釈液)又は8ウェル(最大取込み対照液及び最小取込み対照液)の平均値を求める．横軸に試料溶液のマイクロプレート上での希釈倍数を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，試料溶液の各希釈液から得た値をプロットし，標準曲線を作成する．最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値を求め，この値を標準曲線に対応させて，その希釈倍数D_Tを求める．標準溶液の希釈液についても同様のプロットを行い，希釈倍数D_Sを求め，次式により，1mL中の力価を求める．

本品1mL中のテセロイキンの力価(単位)$=S \times D_T / D_S \times d$

S：標準溶液の濃度(単位/mL)
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数

貯法

保存条件　－70℃以下で保存する．
容器　気密容器．

注射用テセロイキン(遺伝子組換え)

Teceleukin for Injection(Genetical Recombination)

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の70.0～150.0%に対応するテセロイキン(遺伝子組換え)($C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01)を含む．

製法　本品は「テセロイキン(遺伝子組換え)」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験

(1)　本品1個の内容物を滅菌精製水1mLに溶かし，表示量に従い1mL中に「テセロイキン(遺伝子組換え)」約200単位を含む液となるようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．以下「テセロイキン(遺伝子組換え)」の確認試験(1)を準用する．

(2)　2－アミノ－2－ヒドロキシメチル－1,3－プロパンジオール0.242g，ラウリル硫酸ナトリウム5.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物74mgを水60mLに溶かす．1mol/L塩酸試液でpHを8.0とした後，水を加えて100mLとし，分子量測定用緩衝液とする．本品1個の内容物を水1mLで正確に溶かし，その100μLを正確に量り，分子量測定用緩衝液100μL及び2－メルカプトエタノール10μLを正確に加え，水分を蒸発させないようにして水浴上で5分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液(1→2000)1μLを正確に加え，試料溶液とする．以下「テセロイキン(遺伝子組換え)」の確認試験(3)を準用して試験するとき，分子量14000～16000の範囲にバンドを認める．

pH 〈2.54〉　本品1個の内容物を水1mLに溶かした液のpHは7.0～7.7である．

純度試験　溶状　本品1個の内容物を水1mLに溶かした液は，無色澄明である．

乾燥減量　生物学的製剤基準　一般試験法　含湿度測定法により試験を行うとき，含湿度は5%以下である．ただし，相対湿度10%以下の空気中で検体をはかり瓶に入れる．

エンドトキシン 〈4.01〉　5EU/35万単位未満．

製剤均一性 〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，$|M-A|=0$とする．

不溶性異物 〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品1個の内容物に滅菌精製水1mLを正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地で正確に薄め，10～50単位／mLの一定濃度(推定値)として試料溶液とする．以下「テセロイキン(遺伝子組換え)」の定量法を準用する．ただし，本品1個中のテセロイキンの含量(単位)は次式により求める．

$$1個中のテセロイキンの量(単位)=S\times D_T/D_S\times d\times 1$$

S：標準溶液の濃度(単位／mL)

d：試料溶液を調製したときの希釈倍数

1：試料溶液の液量(mL)

貯法

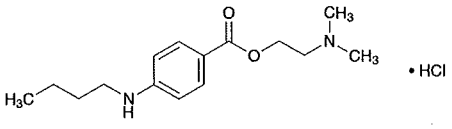
保存条件　遮光して凍結を避けて，10℃以下で保存する．

容器　密封容器．

テトラカイン塩酸塩

Tetracaine Hydrochloride

塩酸テトラカイン



$C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$: 300.82

2-(Dimethylamino)ethyl 4-(butylamino)benzoate monohydrochloride

[*136-47-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テトラカイン塩酸塩($C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

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，味はわずかに苦く，舌を麻痺する．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液(1→10)は中性である．

融点：約148℃

確認試験

（1）　本品0.5gを水50mLに溶かし，アンモニア試液5mLを加えて振り混ぜた後，冷所に放置後，析出した結晶をろ取し，ろ液が中性となるまで水で洗い，デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は42～44℃である．

（2）　本品0.1gを水8mLに溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液3mLを加えるとき，結晶性の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，80℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は130～132℃である．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4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2mLに溶かし，無水酢酸80mLを加え，30℃の水浴中で15分間放置し，冷後，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．

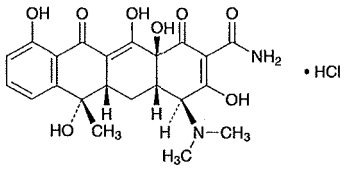
0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.08mg $C_{15}H_{24}N_2O_2 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

テトラサイクリン塩酸塩

Tetracycline Hydrochloride

塩酸テトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl：480.90

(4*S*,4a*S*,5a*S*,6*S*,12a*S*)-4-Dimethylamino-3,6,10,12,12a-pentahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride

[*64-75-5*]

本品は，*Streptomyces aureofaciens*の培養によって得られる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る．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり950～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，テトラサイクリン塩酸塩($C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は，黄色～帯微褐黄色の結晶性の粉末である．

本品は，水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラ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ペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは1.8～2.8である．

純度試験

（1）　**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1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　**ヒ素**〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　**類縁物質**　本品25mgをとり，0.01mol/L塩酸試液50mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に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*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．また，テトラサイクリン以外の各々のピークの合計面積は，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテトラサイクリンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の1～5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1.0g)．

定量法　本品及びテトラサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に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，それぞれの液のテトラサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テトラサイクリン塩酸塩($C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(孔径0.01μm)を充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム3.5g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム2.0g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.4gを水300mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えてpH9.0に調整する．この液に*t*－ブチルアルコール90.0gを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：テトラサイクリンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：テトラサイクリン塩酸塩標準品0.05gをとり，水に溶かして25mLとする．この液5mLを水浴上で60分間加熱したのち，水を加えて25mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－

エピテトラサイクリンの保持時間は約3分であり，4－エピテトラサイクリン，テトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

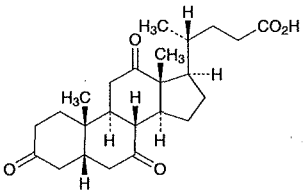
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

デヒドロコール酸

Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid

[*81-23-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$)98.5%以上を含む．

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．

本品は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品5gに硫酸1mL及びホルムアルデヒド液1滴を加えて溶かし，5分間放置する．これに水5mLを加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2）　本品0.02gにエタノール(95)1mLを加えて振り混ぜ，これに1,3－ジニトロベンゼン試液5滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→8)0.5mLを加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋29～＋32°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　233～242℃

純度試験

（1）　**におい**　本品2.0gに水100mLを加え，2分間煮沸するとき，においはない．

（2）　**溶状**　本品を乳鉢で粉末とし，その0.10gをエタノール(95)30mLに10分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3）　**塩化物**〈*1.03*〉　本品2.0gに水100mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液25mLに希硝酸6mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，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(0.021%以下)．

（4）　**硫酸塩**〈*1.14*〉　(3)の試料溶液25mLに希塩酸1mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，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0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（5）　**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)．

（6）　**バリウム**　(1)の液に塩酸2mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が100mLとなるまで水で洗う．この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

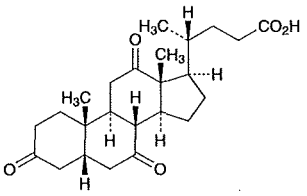
定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法　容器　密閉容器．

精製デヒドロコール酸

Purified Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid

[*81-23-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$)99.0%以上を含む．

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．

本品は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品5mgに硫酸1mL及びホルムアルデヒド液1滴を加えて溶かし，5分間放置する．これに水5mLを加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2）　本品0.02gにエタノール(95)1mLを加えて振り混ぜ，これに1,3－ジニトロベンゼン試液5滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→8)0.5mLを加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋光度 〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋29～＋32°(乾燥後，0.2g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

融点 〈*2.60*〉　237～242℃

純度試験

（1）　**におい**　本品2.0gに水100mLを加え，2分間煮沸するとき，においはない．

（2）　**溶状**　本品を乳鉢で粉末とし，その0.10gをエタノール(95)30mLに10分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3）　**塩化物** 〈*1.03*〉　本品2.0gに水100mLを加えて5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液25mLに希硝酸6mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，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(0.021%以下)．

（4）　**硫酸塩** 〈*1.14*〉　(3)の試料溶液25mLに希塩酸1mLを加え，水浴中で6分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，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0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)．

（5）　**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)．

（6）　**バリウム**　(1)の液に塩酸2mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が100mLとなるまで水で洗う．この液10mLに希硫酸1mLを加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量 〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分 〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，中和エタノール40mL及び水20mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定 〈*2.50*〉 する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法　容器　密閉容器．

デヒドロコール酸注射液

Dehydrocholic Acid Injection

デヒドロコール酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するデヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$：402.52)を含む．

製法　本品は「精製デヒドロコール酸」をとり，「水酸化ナトリウム」の溶液を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，味は苦い．

pH：9～11

確認試験　本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」0.1gに対応する容量を分液漏斗にとり，水10mL及び希塩酸1mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム15mLずつで3回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は235～242℃である．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」1.0gに対応する容量をとり，水浴上で，ほとんど蒸発乾固し，残留物につき，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)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.30EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のデヒドロコール酸($C_{24}H_{34}O_5$)約0.5gに対応する容量を正確に量り，100mLの分液漏斗に入れ，必要ならば水を加えて25mLとし，塩酸2mLを加え，クロロホルム25mL，20mL及び15mLで抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで冷水で洗い，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物に中和エタノール40mL及び水20mLを加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水100mLを加えて更に滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝40.25mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法

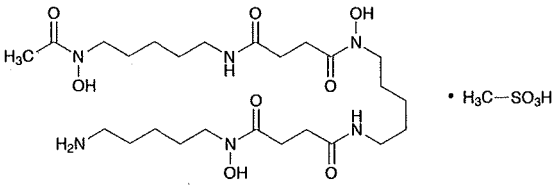
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

デフェロキサミンメシル酸塩

Deferoxamine Mesilate

メシル酸デフェロキサミン



$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$：656.79

N-[5-(Acetylhydroxyamino)pentyl]-*N*′-(5-{3-[(5-aminopentyl)hydroxycarbamoyl]propanoylamino}pentyl)-*N*′-hydroxysuccinamide monomethanesulfonate

[*138-14-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デフェロキサミンメシル酸塩($C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)，2－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約147℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)5mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品50mgはメシル酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデフェロキサミンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.90mLを加える(0.032%以下)．

（3）　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0.50mLを加える(0.040%以下)．

（4）　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)．

（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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)を用いる(2ppm以下)．

（6）　類縁物質　本品50mgを移動相50mLに溶かし，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50mL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*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデフェロキサミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径4mm，長さ20cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム1.32g，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.37g及び1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.08gを水950mLに溶かす．この液にリン酸を加えてpH2.8に調整した液800mLをとり，2－プロパノール100mLを加える．

流量：デフェロキサミンの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデフェロキサミンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たデフェロキサミンのピーク面積が，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積の1.5～2.5%になることを確認する．

システムの性能：本品16mg及びパラオキシ安息香酸メチル4mgを移動相50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，デフェロキサミン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，デフェロキサミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びデフェロキサミンメシル酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約60mgずつを精密に量り，それぞれを水20mLに溶かし，0.05mol/L硫酸試液10mLを正確に加え，水を加えて正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，0.05mol/L硫酸試液5mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.2mLを正確に加え，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，塩化鉄(Ⅲ)試液0.2mLに0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長430nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

デフェロキサミンメシル酸塩($C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$)の量(mg)

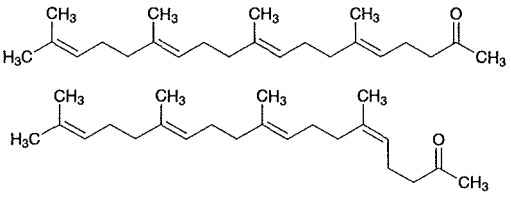
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したデフェロキサミンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

テプレノン

Teprenone



$C_{23}H_{38}O$：330.55

(5*E*,9*E*,13*E*)-6,10,14,18-Tetramethylnonadeca-5,9,13,17-tetraen-2-one

(5*Z*,9*E*,13*E*)-6,10,14,18-Tetramethylnonadeca-5,9,13,17-tetraen-2-one

[*6809-52-5*]

本品は定量するとき，テプレノン($C_{23}H_{38}O$)97.0～101.0%を含む．

本品はモノシス体及びオールトランス体からなり，その比は約2：3である．

性状　本品は無色～微黄色澄明の油状の液で，わずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール(99.5)，酢酸エチル又はヘキサンと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は空気によって酸化され，徐々に黄色となる．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)2mLにリンモリブデン酸*n*水和物の酢酸(100)溶液(1→100)1mLを加え，水浴中で5分間加熱した後，硫酸5～6滴を加えて加熱を続けるとき，液は青～青緑色を呈する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)2mLに2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液2mLを加えて振り混ぜるとき，黄～橙黄色の沈殿を生じる．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテプレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.485～1.491

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.882～0.890

純度試験

（1）　溶状　本品1.0mLにエタノール(99.5)9mLを加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.02以下である．

（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)．

（3）　類縁物質　本品30mgをヘキサン6mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テプレノンのオールトランス体のピークに対する相対保持時間約0.8のジシス体のピーク面積は0.5%以下であり，モノシス体，オールトランス体及び上記のピーク以外のピークの面積はそれぞれ0.2%以下である．また，モノシス体，オールトランス体及びジシス体以外のピークの合計面積は1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテプレノンのオールトランス体の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLにヘキサンを加えて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，ヘキサンを加えて正確に10mLとする．この液3μLから得たテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和が，システム適合性試験用溶液のテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液3μLにつき，上記の条件で操作するとき，テプレノンのモノシス体，オールトランス体の順に流出し，その分離度は1.1以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の相対標準偏差は3.0%以下である．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

異性体比　本品30mgをヘキサン6mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，保持時間18分付近に近接して現れる2つの主ピークのうち保持時間の小さい方のモノシス体のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のオールトランス体のピーク面積A_bを測定するとき，A_a/A_bは0.60～0.70である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

定量法　本品及びテプレノン標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えて溶かした後，酢酸エチルを加えて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3μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテプレノンのピーク面積(モノシス体とオールトランス体のピーク面積和)の比Q_T及びQ_Sを求める．

テプレノン($C_{23}H_{38}O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T/Q_S$

M_S：テプレノン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジ－*n*－ブチルの酢酸エチル溶液(1

→100)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径4mm，長さ2mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール2－ニトロテレフタレートを149～177μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：保持時間18分付近に近接して現れる2つの主ピークのうち保持時間の大きい方のテプレノンのオールトランス体の保持時間が約19分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を行うとき，内標準物質，テプレノンのモノシス体，オールトランス体の順に流出し，モノシス体とオールトランス体の分離度は1.1以上である．

システムの再現性：標準溶液3μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するテプレノンのモノシス体とオールトランス体のピーク面積の和の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

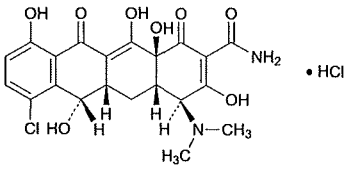
保存条件　空気を「窒素」で置換し，2～8℃に保存する．

容器　気密容器．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩

Demethylchlortetracycline Hydrochloride

塩酸デメチルクロルテトラサイクリン



$C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$：501.31

(4*S*,4a*S*,5a*S*,6*S*,12a*S*)-7-Chloro-4-dimethylamino-3,6,10,12,12a-pentahydroxy-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride

[*64-73-3*]

本品は，*Streptomyces aureofaciens*の変異株の培養によって得られる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る．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり900～1010μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩($C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品40mgを水250mLに溶かす．この液10mLに水85mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)5mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラ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ペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－248～－263°(乾燥物に換算したもの0.25g，0.1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは2.0～3.0である．

純度試験

（1）　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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品25mgを0.01mol/L塩酸試液50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に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，試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の1.2倍より大きくない．また，試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルクロルテトラサイクリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に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，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし，この液20μLから得たデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：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，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に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，それぞれの液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩($C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$)の量[μg(力価)]

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

M_S：デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.1mm，長さ25cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム3.5g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム1.5g及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.4gを水300mLに溶かし，

水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.5に調整する．この液に*t*－ブチルアルコール75.0gを加え，更に水を加えて1000mLとする．

流量：デメチルクロルテトラサイクリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10mLを水浴上で60分間加温し，この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－エピデメチルクロルテトラサイクリン，デメチルクロルテトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は3以上である．なお，4－エピデメチルクロルテトラサイクリンのデメチルクロルテトラサイクリンに対する相対保持時間は約0.7である．

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，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

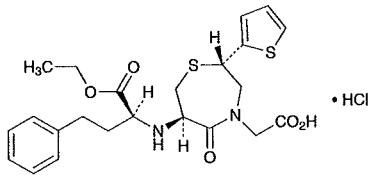
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

テモカプリル塩酸塩

Temocapril Hydrochloride

塩酸テモカプリル



$C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl：513.07

2-[(2*S*,6*R*)-6-{[(1*S*)-1-(Ethoxycarbonyl)-3-phenylpropyl]amino}-5-oxo-2-(thiophen-2-yl)-2,3,6,7-tetrahydro-1,4-thiazepin-4(5*H*)-yl]acetic acid monohydrochloride

[*110221-44-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋60～＋64°(脱水物に換算したもの0.2g，エタノール(99.5)，20mL，100mm)．

純度試験

（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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　**類縁物質**　本品50mgを薄めたアセトニトリル(1→2)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテモカプリル以外のピークの面積は，標準溶液のテモカプリルのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のテモカプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のテモカプリルのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)／アセトニトリル混液(63：37)

流量：テモカプリルの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテモカプリルの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たテモカプリルのピーク面積が，標準溶液のテモカプリルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テモカプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　**残留溶媒**　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.3g，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.8gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)80mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.31mg $C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl

貯法　容器　密閉容器．

テモカプリル塩酸塩錠

Temocapril Hydrochloride Tablets

塩酸テモカプリル錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl：513.07)を含む．

製法 本品は「テモカプリル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「テモカプリル塩酸塩」2.5mgに対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)25mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLに薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長232～236nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)20mLを正確に加えた後，10分間超音波処理する．更に10分間振り混ぜた後，遠心分離する．テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)約0.8mgに対応する上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用テモカプリル塩酸塩(別途「テモカプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約40mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液2mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 2 / 5$$

M_S：脱水物に換算した定量用テモカプリル塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→3000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)約1.1μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用テモカプリル塩酸塩(別途「テモカプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．更にこの液5mL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50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のテモカプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

M_S：脱水物に換算した定量用テモカプリル塩酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：薄めたリン酸(1→500)／アセトニトリル混液(43：32)

流量：テモカプリルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ9000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テモカプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)約10mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液20mLを正確に加えた後，10分間超音波処理する．この液を10分間振り混ぜ，遠心分離した後，上澄液2mLに薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用テモカプリル塩酸塩(別途「テモカプリル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2$・HCl)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：脱水物に換算した定量用テモカプリル塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→3000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径6.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)／アセトニトリル混液(63：37)

流量：テモカプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テモカプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

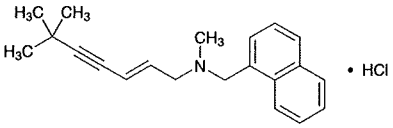
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するテモカプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

テルビナフィン塩酸塩

Terbinafine Hydrochloride

塩酸テルビナフィン



$C_{21}H_{25}N \cdot HCl$：327.89

(2*E*)-*N*,6,6-Trimethyl-*N*-(naphthalen-1-ylmethyl)hept-2-en-4-yn-1-amine monohydrochloride

[*78628-80-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品1.0gを水1000mLに溶かした液のpHは3.5～4.5である．

融点：約205℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→40000)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*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0g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)．

（2）　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品50mgを水／アセトニトリル混液(1：1)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に50mL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*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテルビナフィンに対する相対保持時間約1.7の二量体のピーク面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のテルビナフィン及び二量体以外のピークの面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のテルビナフィン以外のピークの合計面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径3mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：メタノール／アセトニトリル混液(3：2)700mLに希酢酸を加えてpH7.5に調整したトリエチルアミン溶液(1→500)300mLを加える．

移動相B：メタノール／アセトニトリル混液(3：2)950mLに希酢酸を加えてpH7.5に調整したトリエチルアミン溶液(1→500)50mLを加える．

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0～4	100	0
4～25	100 → 0	0 → 100
25～30	0	100

流量：テルビナフィンの保持時間が約15分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテルビナフィンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水／アセトニトリル(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たテルビナフィンのピーク面積が，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：本品20mgを水／アセトニトリル混液(1：1)20mLに溶かす．この液に短波長ランプ(主波長254nm)を用いて1時間紫外線を照射する．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルビナフィンに対する相対保持時間約0.94のシス－テルビナフィンとテルビナフィンの分離度は2.0以上である．

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，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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0.26gを精密に量り，酢酸(100)5mLに溶かし，無水酢酸50mL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＝32.79mg $C_{21}H_{25}N \cdot HCl$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

テルビナフィン塩酸塩液

Terbinafine Hydrochloride Solution

塩酸テルビナフィン液

本品は外用の液剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$：327.89)を含む．

製法　本品は「テルビナフィン塩酸塩」をとり，外用液剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「テルビナフィン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノールを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩10mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン80容量に酢酸エチル20容量及びアンモニア水(28)1容量を加えて振り混ぜ，上層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及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ　別に規定する．

定量法　本品のテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)約10mgに対応する量を精密に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩を105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mL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〉により試験を行い，それぞれの液のテルビナフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用テルビナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→25)を加えてpH8.0に調整したテトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液(9→2000)／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(2：2：1)

流量：テルビナフィンの保持時間が約8.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用テルビナフィン塩酸塩40mg及びテルフェニル3.5mgをメタノール200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

テルビナフィン塩酸塩クリーム

Terbinafine Hydrochloride Cream

塩酸テルビナフィンクリーム

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$：327.89)を含む．

製法　本品は「テルビナフィン塩酸塩」をとり，クリーム剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「テルビナフィン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，2－プロパノール20mLに溶かし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩10mgを2－プロパノール20mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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．次にヘキサン80容量に酢酸エチル20容量及びアンモニア水(28)1容量を加えて振り混ぜ，上層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及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

定量法　本品のテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)約10mgに対応する量を精密に量り，2－プロパノールに溶かし，正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩を105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，2－プロパノールに溶かし，正確に200mL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*〉により試験を行い，それぞれの液のテルビナフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用テルビナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→25)を加えてpH8.0に調整したテトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液(9→2000)／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(2：2：1)

流量：テルビナフィンの保持時間が約8.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用テルビナフィン塩酸塩40mg及びテルフェニル3.5mgをメタノール200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

1 テルビナフィン塩酸塩スプレー

Terbinafine Hydrochloride Spray

塩酸テルビナフィンスプレー

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$：327.89)を含む．

製法　本品は「テルビナフィン塩酸塩」をとり，ポンプスプレー剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「テルビナフィン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，メタノールを加えて10mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩10mgをメタノール10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン80容量に酢酸エチル20容量及びアンモニア水(28)1容量を加えて振り混ぜ，上層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及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ　別に規定する．

定量法　本品のテルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)約10mgに対応する量を精密に量り，メタノールを加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別に定量用テルビナフィン塩酸塩を105℃で4時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mL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〉により試験を行い，それぞれの液のテルビナフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

テルビナフィン塩酸塩($C_{21}H_{25}N \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4$

M_S：定量用テルビナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径4.0mm，長さ125mmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→25)を加えてpH8.0に調整したテトラメチルアンモニウムヒドロキシド溶液(9→2000)／アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(2：2：1)

流量：テルビナフィンの保持時間が約8.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：定量用テルビナフィン塩酸塩40mg及びテルフェニル3.5mgをメタノール200mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

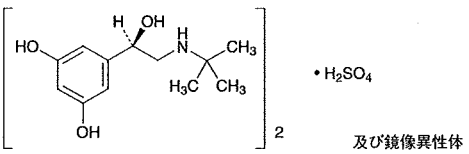
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，テルビナフィンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

テルブタリン硫酸塩

Terbutaline Sulfate

硫酸テルブタリン



及び鏡像異性体

$(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：548.65

5-[(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethylamino)-1-hydroxyethyl]benzene-1,3-diol hemisulfate

[*23031-32-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テルブタリン硫酸塩[$(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$]98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯褐白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水に溶けやすく，アセトニトリル，エタノール(95)，酢酸(100)，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光又は空気によって徐々に着色する．

融点：約255℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1mgを水1mLに溶かし，pH9.5のトリス緩衝液5mL，4－アミノアンチピリン溶液(1→50)0.5mL及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶液(2→25)2滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．極大は二つに分かれることがある．

（3）　本品の水溶液(1→50)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～4.8である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.004%以下)．

（3）　酢酸　本品0.50gをとり，リン酸溶液(59→1000)に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に酢酸(100)1.50gをとり，リン酸溶液(59→1000)に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，リン酸溶液(59→1000)を加え，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．それぞれの液の酢酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ1mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール6000を180～250μmのガスクロマトグラフィー用テレフタル酸に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：酢酸の保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：酢酸(100)及びプロピオン酸0.05gずつをリン酸溶液(59→1000)100mLに加えて混和する．この液2μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，酢酸のピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

（4）　3,5－ジヒドロキシ－ω－*tert*－ブチルアミノアセトフェノン硫酸塩　本品0.50gをとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長330nmにおける吸光度は0.47以下である．

（5）　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)．

（6）　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)．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，アセトニトリル／酢酸(100)混液(1：1)50mLを加え，かき混ぜながら加温して溶かし，冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法．ただし，内部液は塩化カリウムの飽和メタノール溶液に代える)．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝54.87mg $(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

テレビン油

Turpentine Oil

OLEUM TEREBINTHINAE

　本品は*pinus*属諸種植物(*Pinaceae*)の材又はバルサムを水蒸気蒸留して得た精油である.

性状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は苦く刺激性である.

　本品1mLはエタノール(95)5mLに混和し，その液は中性である.

屈折率 〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.465～1.478

比重 〈*1.13*〉　d_{20}^{20}：0.860～0.875

純度試験

（1）　異物　本品は悪臭がない．また，本品5mLに水酸化カリウム溶液(1→6)5mLを加えて振り混ぜるとき，水層は黄褐色～暗褐色を呈しない.

（2）　塩酸呈色物　本品5mLに塩酸5mLを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，塩酸層は淡黄色を呈し，褐色を呈しない.

（3）　鉱油　本品5.0mLをカシアフラスコにとり，15℃以下に冷却し，振り混ぜながら発煙硫酸25mLを徐々に加え，更に60～65℃で10分間加温した後，目盛りまで硫酸を加えるとき，0.1mL以上の油分を析出しない.

蒸留試験 〈*2.57*〉　150～170℃，90vol%以上.

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

コムギデンプン

Wheat Starch

AMYLUM TRITICI

小麦澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はコムギ*Triticum aestivum* Linné (*Gramineae*)のえい果から得たでんぷんである．

◆**性状** 本品は白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

(1) 本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈*5.01*〉するとき，大小の粒，非常にまれに中程度の大きさの粒を認める．通例，直径10～60μmの大きな粒の上面は円盤状，極めてまれに腎臓形であり，中心性のへそ及び層紋は明らかでないかほとんど明らかでなく，時々粒のへりに裂け目を認める．側面は長円形又は紡錘形であり，へそは長軸方向に沿った裂け目として観察される．直径2～10μmの小さな粒は円形又は多面形である．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

(2) 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

(3) (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH 〈*2.54*〉 本品5.0gを非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水25.0mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し，15分間放置した液のpHは4.5～7.0である．

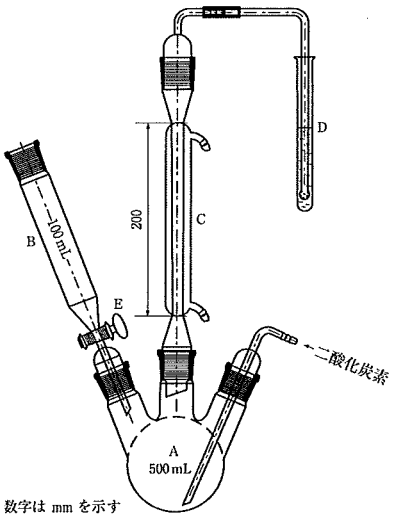
純度試験

(1) 鉄 本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLを試験管にとり，クエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLを試験管にとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)．

(2) 酸化性物質 本品4.0gに水50.0mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液30.0mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間放置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下)．

(3) 二酸化イオウ

(i) 装置 図に示すものを用いる．



数字は mm を示す

A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

(ii) 操作法 水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

$$\text{二酸化イオウの量(ppm)} = V/M \times 1000 \times 3.203$$

M：本品の秤取量(g)

V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量 〈*2.41*〉 15.0%以下(1g，130℃，90分間)．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.6%以下(1g)．

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

コメデンプン

Rice Starch

AMYLUM ORYZAE

米澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はイネ*Oryza sativa* Linné (*Gramineae*)のえい果から得たでんぷんである．

◆**性状** 本品は白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，大きさ1～10μm，主に4～6μmの多面体の分粒を認める．これらの分粒は，しばしば直径50～100μmのだ円形の複粒に凝集している．粒の中心性のへそはほとんど認められず，層紋を認めない．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，だいだい赤色から暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈*2.54*〉 本品5.0gに新たに煮沸して冷却した水25mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し，15分間放置した液のpHは5.0～8.0である．

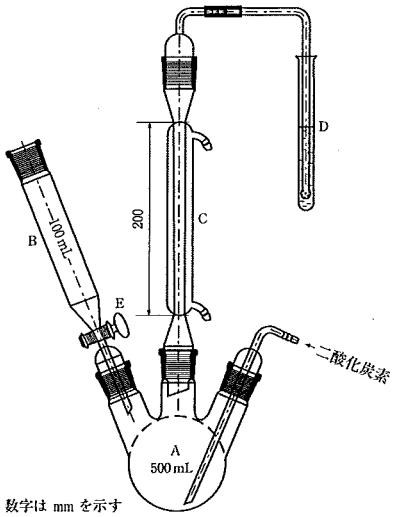
純度試験

（1） 鉄 本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLずつをとり，それぞれクエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液に赤色リトマス紙を青変させるまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLずつをとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)．

（2） 酸化性物質 本品4.0gに水50mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液30mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間放置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下)．

（3） 二酸化イオウ

（i） 装置 図に示すものを用いる．



数字は mm を示す

A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管

（ii） 操作法 水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から青紫色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

$$\text{二酸化イオウの量(ppm)} = V/M \times 1000 \times 3.203$$

M：本品の秤取量(g)

V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0%以下(1g，130℃，90分間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.6%以下(1g)．

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

トウモロコシデンプン

Corn Starch

AMYLUM MAYDIS

トウモロコシ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は成熟したトウモロコシ *Zea mays* Linné (*Gramineae*)の種子から得たでんぷんである．

◆**性状**　本品は白色～微黄白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈5.01〉するとき，通例，直径2～23μmの不規則な多面角の粒又は25～35μmの不規則な円形又は球形の粒を認める．へそは明瞭な空洞又は2～5つの放射状の裂け目となり，同心性の筋はない．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2）　本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3）　(2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈2.54〉　本品5.0gを非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水25.0mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜて懸濁し，15分間放置した液のpHは4.0～7.0である．

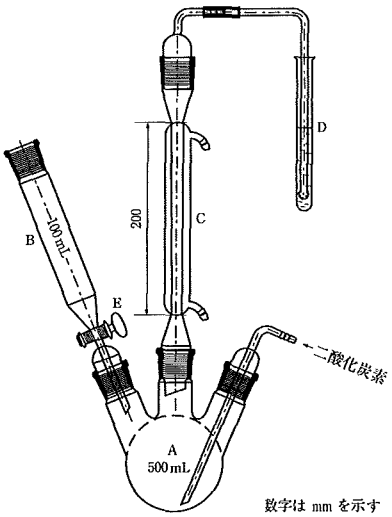
純度試験

（1）　鉄　本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLを試験管にとり，クエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLを試験管にとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)．

（2）　酸化性物質　本品4.0gに水50.0mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液30.0mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間放置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下)．

（3）　二酸化イオウ

（i）　装置　図に示すものを用いる．



A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

（ii）　操作法　水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

二酸化イオウの量(ppm)$= V/M \times 1000 \times 3.203$

M：本品の秤取量(g)

V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(1g，130℃，90分間)．

強熱残分〈2.44〉　0.6%以下(1g)．

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

バレイショデンプン

Potato Starch

AMYLUM SOLANI

バレイショ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はジャガイモ *Solanum tuberosum* Linné (*Solanaceae*)の塊茎から得たでんぷんである．

◆**性状** 本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水／グリセリン混液(1：1)を加え，光学顕微鏡を用いて鏡検〈*5.01*〉するとき，通例，直径30～100μm，ときに100μm以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は10～35μmの大きさの円形の粒を認める．ときに2～4個の粒からなる複粒を認める．卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり，円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある．すべての粒子は顕著な層紋を認める．直角に交叉した偏光板又は偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品1gに水50mLを加えて1分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） (2)ののり状の液1mLに薄めたヨウ素試液(1→10)0.05mLを加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈*2.54*〉 本品5.0gを非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水25.0mLを加え，穏やかに1分間かき混ぜ，懸濁液とした後，15分間静置したときのpHは5.0～8.0である．

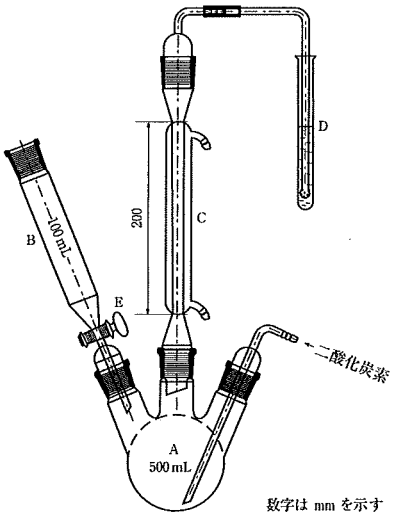
純度試験

（1） 鉄 本品1.5gに2mol/L塩酸試液15mLを加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液2.0mLをとり，水を加えて20mLとし，比較液とする．検液及び比較液10mLを試験管にとり，クエン酸溶液(1→5)2mL及びメルカプト酢酸0.1mLを加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水(28)を加えた後，水を加えて20mLとし，混和する．これらの液10mLを試験管にとり，5分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10ppm以下)．

（2） 酸化性物質 本品4.0gに水50.0mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．澄明な上澄液30.0mLに酢酸(100)1mL及びヨウ化カリウム0.5～1.0gを加え，振り混ぜた後，暗所に25～30分間静置する．デンプン試液1mLを加え，0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4mL以下である(過酸化水素に換算すると，20ppm以下)．

（3） 二酸化イオウ

（i） 装置 図に示すものを用いる．



数字は mm を示す

A：沸騰フラスコ(500mL)
B：分液漏斗(100mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

（ii） 操作法 水150mLを沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分100±5mLの流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約25gを精密に量り，水100mLを用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2mol/L塩酸試液80mLを分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50ppm以下である．

$$\text{二酸化イオウの量(ppm)} = V / M \times 1000 \times 3.203$$

M：本品の秤取量(g)

V：0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

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

乾燥減量〈*2.41*〉 20.0%以下(1g，130℃，90分間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.6%以下(1g)．

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

デンプングリコール酸ナトリウム

Sodium Starch Glycolate

カルボキシメチルスターチナトリウム

[*9063-38-1*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はデンプンのカルボキシメチルエーテル又はその架橋物のナトリウム塩である．

本品にはA及びBの中和度タイプがあり，エタノール(99.5)／水混液(8：2)不溶物を乾燥したものはそれぞれ定量するとき，ナトリウム(Na：22.99)2.8～4.2%及び2.0～3.4%を含む．

◆本品はその中和度タイプを表示する．◆

◆**性状** 本品は白色の粉末で，特異な塩味がある．

本品はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は水を加えるとき，膨潤し，粘稠性のあるのり状の液となる．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→500)5mLに希塩酸を加えて酸性とし，ヨウ素試液1滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色～紫色を呈する．

◆（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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） 純度試験(2)の試料溶液はナトリウム塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．ただし，試料溶液2mL及びヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液4mLを用いる．

pH〈*2.54*〉 本品1gに水30mLを加え，振り混ぜて得た懸濁液のpHはタイプA 5.5～7.5及びタイプB 3.0～5.0である．

純度試験

◆（1） 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)．◆

（2） 鉄

（i） 試料溶液 本品2.5gをシリカ製又は白金製のるつぼに正確に量り，5mol/L硫酸試液2mLを加える．水浴上で加熱した後，注意してバーナーで強熱した後，できれば電気炉に入れ，600±25℃で強熱し，残留物を完全に灰化する．放冷後，1mol/L硫酸試液数滴を加え，再び同様に加熱及び強熱する．放冷後，炭酸アンモニウム試液数滴を加え，水浴上で蒸発乾固した後，更に同様に強熱する．冷後，残留物に水50mLを加えて溶かす．

（ii） 標準溶液 硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物863.4mgを正確に量り，水に溶かし，1mol/L硫酸試液25mLを加え，更に水を加えて正確に500mLとする．この液10mLを正確にとり，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液1mLは鉄(Fe)1.0μgを含む．

（iii） 操作法 試料溶液及び標準溶液につき，その10mLずつを正確に量り，それぞれにクエン酸溶液(1→5)2mL及びチオグリコール酸0.1mLを加える．次にアンモニア水(28)を滴加し，赤色リトマス紙を用いて液をアルカリ性とした後，水を加えて20mLとする．5分間放置後，白色の背景を用いてこれらの液の色を比較するとき，試料溶液の呈する色は，標準溶液の呈する色より濃くない(20ppm以下)．

（3） グリコール酸ナトリウム 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．

（i） 試料溶液 本品0.200gをビーカーに正確に量り，6mol/L酢酸試液4mL及び水5mLを加え，かき混ぜて溶かす．アセトン50mL及び塩化ナトリウム1gを加え，かき混ぜた後，アセトンに浸したろ紙を用いてろ過し，ビーカーとろ紙をアセトンで洗い，ろ液と洗液を合わせ，更にアセトンを加えて正確に100mLとする．24時間静置し，上澄液を試料溶液とする．

（ii） 標準溶液 グリコール酸をデシケーター(シリカゲル)で18時間乾燥し，その0.310gを正確に量り，水を加えて溶かし，正確に500mLとする．この液5mLを正確に量り，6mol/L酢酸試液4mLを加え，30分間放置する．アセトン50mL及び塩化ナトリウム1gを加え，(i)と同様に操作し，上澄液を標準溶液とする．

（iii） 操作法 試料溶液及び標準溶液2.0mLずつを25mL栓付試験管に正確に量り，水浴上で20分間加熱し，アセトンを留去する．冷後，残留物に2,7－ジヒドロキシナフタレン試液20.0mLを加え，栓をして溶かした後，水浴上で20分間加熱する．流水中で冷却し，全量を25mLメスフラスコに移す．メスフラスコを流水中で冷却しながら，硫酸を加えて25mLとする．これらの液につき，10分以内に水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長540nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(2.0%以下)．

（4） 塩化ナトリウム 本品約0.5gをビーカーに精密に量り，水100mLに分散させた後，硝酸1mLを加え，0.1mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．塩化ナトリウム(NaCl：58.44)の量は7.0%以下である．

0.1mol/L硝酸銀液1mL＝5.844mg NaCl

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0%以下(1g，130℃，90分)．

定量法 本品約1gにエタノール(99.5)／水混液(8：2)20mLを加え，10分間かき混ぜ，ろ過する．この操作を繰り返し，ろ液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙上の残留物を105℃で恒量になるまで乾燥する．残留物約0.7gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱する．冷後，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

ナトリウム(Na)の量(%)＝V×2.299×100／M

V：0.1mol/L過塩素酸の消費量(mL)

M：乾燥残留物の量(mg)

◆**貯法** 容器 気密容器．◆

乾燥痘そうワクチン

Freeze-dried Smallpox Vaccine

乾燥痘苗

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥痘そうワクチンの条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，白色～灰色の懸濁した液となる．

1 乾燥細胞培養痘そうワクチン

2 Freeze-dried Smallpox Vaccine Prepared in Cell Culture

3　　本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイル
4　スを含む．
5　　本品は生物学的製剤基準の乾燥細胞培養痘そうワクチンの
6　条に適合する．
7 **性状**　本品は溶剤を加えるとき，帯赤色の澄明な液となる．

トウモロコシ油

Corn Oil

OLEUM MAYDIS

本品はトウモロコシ*Zea mays* Linné (*Gramineae*)の胚芽から得た脂肪油である.

性状　本品は淡黄色澄明の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は−7℃で軟膏様に凝固する.

比重　d_{25}^{25}：0.915～0.921

酸価〈*1.13*〉　0.2以下.

けん化価〈*1.13*〉　187～195

不けん化物〈*1.13*〉　1.5%以下.

ヨウ素価〈*1.13*〉　103～130

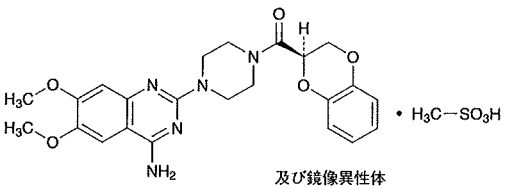
貯法　容器　気密容器.

5 0996

ドキサゾシンメシル酸塩

Doxazosin Mesilate

メシル酸ドキサゾシン



及び鏡像異性体

$C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：547.58

1-(4-Amino-6,7-dimethoxyquinazolin-2-yl)-4-{[(2*RS*)-2,3-dihydro-1,4-benzodioxin-2-yl]carbonyl}piperazine monomethansulfonate

[*77883-43-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドキサゾシンメシル酸塩($C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

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

本品のジメチルスルホキシド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

融点：約272℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキサゾシンメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキサゾシンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品30mgはメシル酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0g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)．

（2）　類縁物質　本品20mgをメタノール／酢酸(100)混液(1：1)5mL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／酢酸(100)混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／酢酸(100)混液(1：1)を加えて正確に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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に4－メチル－2－ペンタノン2容量に水1容量及び酢酸(100)1容量を加えて振り混ぜ，上層を展開溶媒として約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R_f値約0.15のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，試料溶液には主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びドキサゾシンメシル酸塩標準品を乾燥し，その約25mg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50mLとする．これらの液3mLずつを正確に量り，それぞれに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*〉により試験を行い，それぞれの液のドキサゾシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドキサゾシンメシル酸塩($C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

カラム：内径3.9mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液／メタノール／アセトニトリル混液(12：8：3)

流量：ドキサゾシンの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキサゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキサゾシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ドキサゾシンメシル酸塩錠

Doxazosin Mesilate Tablets

メシル酸ドキサゾシン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$：451.48)を含む．

製法　本品は「ドキサゾシンメシル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)5mgに対応する量をとり，0.01mol/L塩酸・メタノール試液100mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液4mLに0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて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するとき，波長244～248nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水1mLを加え，振り混ぜて崩壊させた後，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，30分間かき混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液V mLを正確に量り，1mL中にドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)約5μgを含む液となるように0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50 \times 0.825$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)約0.56μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール5mLを正確に加え，試料溶液とする．別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約21mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．更にこの液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液5mLを正確に加え，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，それぞれの液のドキサゾシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/C \times 72/25 \times 0.825$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の表示量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)
- カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：35℃付近の一定温度
- 移動相：リン酸二水素カリウム3.4gを水500mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する．この液450mLにメタノール550mLを加える．
- 流量：ドキサゾシンの保持時間が約5分となるように調整する．

システム適合性
- システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキサゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．
- システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキサゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)約5mgに対応する量を精密に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，30分間かき混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約24mgを精密に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸・メタノール試液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長246nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ドキサゾシン($C_{23}H_{25}N_5O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/4 \times 0.825$

M_S：ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

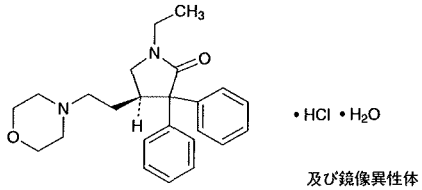
貯法　容器　密閉容器．

ドキサプラム塩酸塩水和物

Doxapram Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキサプラム

ドキサプラム塩酸塩



・HCl・H_2O

及び鏡像異性体

$C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl・H_2O：432.98

(*4RS*)-1-Ethyl-4-[2-(morpholin-4-yl)ethyl]-3,3-diphenylpyrrolidin-2-one monohydrochloride monohydrate

[*7081-53-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ドキサプラム塩酸塩($C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl：414.97)98.0%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．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水，エタノール(95)又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.5～5.0である．

融点〈*2.60*〉　218～222℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　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0.50mLを加える(0.024%以下)．

（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)．

（4）　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)．

（5）　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．この液3mL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5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に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6μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／ギ酸／ギ酸エチル／メタノール混液(8：3：3：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素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スポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　3.5～4.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1g)．

定量法　本品約0.8gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.50mg $C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl

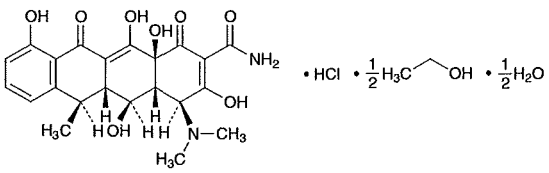
貯法　容器　気密容器．

ドキシサイクリン塩酸塩水和物

Doxycycline Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキシサイクリン

ドキシサイクリン塩酸塩



$C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2}C_2H_6O \cdot \frac{1}{2}H_2O$：512.94

(4*S*,4a*R*,5*S*,5a*R*,6*R*,12a*S*)-4-Dimethylamino-3,5,10,12,12a-pentahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride hemiethanolate hemihydrate

[*564-25-0*, ドキシサイクリン]

本品は，オキシテトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物1mg当たり880～943μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ドキシサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_8$：444.43)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキシサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品10mgを水10mLに溶かし，硝酸銀試液を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(349nm)：285～315(10mg，0.01mol/L塩酸・メタノール試液，500mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－105～－120°(脱水及び脱エタノール物に換算したもの0.25g，0.01mol/L塩酸・メタノール試液，25mL，100mm)．ただし，試料溶液を調製した後，5分以内に測定する．

純度試験

（1）　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5.0mLを加える(50ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，試料溶液とする．別に塩酸6－エピドキシサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，塩酸6－エピドキシサイクリン原液とする．別に塩酸メタサイクリン20mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かして正確に25mLとし，塩酸メタサイクリン原液とする．塩酸6－エピドキシサイクリン原液及び塩酸メタサイクリン原液2mLずつを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に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，試料溶液のメタサイクリン及び6－エピドキシサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の溶媒ピークとメタサイクリンのピークの間にあるピーク及びドキシサイクリンのピークの後にあるピークのピーク面積は，それぞれ標準溶液の6－エピドキシサイクリンのピーク面積の1／4より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に8μmの液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60℃付近の一定温度

移動相：0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液125mL及び0.2mol/L水酸化ナトリウム試液117mLをとり，水を加えて500mLとする．この液400mLに硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(1→100)50mL，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→25)10mL，*t*－ブチルアルコール60g及び水200mLを加え，2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH8.0に調整し，更に水を加えて1000mLとする．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約19分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドキシサイクリンの保持時間の約2.4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得た6－エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積が，それぞれ標準溶液の6－エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液8mL，塩酸6－エピドキシサイクリン原液3mL及び塩酸メタサイクリン原液2mLに0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，メタサイクリン，6－エピドキシサイクリン，ドキシサイクリンの順に溶出し，メタサイクリンと6－エピドキシサイクリン及び6－エピドキシサイクリンとドキシサイクリンの分離度は1.3以上及び2.0以上であり，ドキシサイクリンのピークのシンメトリー係数は1.3以下である．

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，メタサイクリン及び6－エピドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下及び2.0%以下である．

エタノール　本品約0.1gを精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に10mLとし，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)約0.4gを精密に量り，内標準溶液を加えて正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，内標準溶液を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．次式によりエタノールの量を求めるとき，4.3～6.0%である．

エタノールの量(%)$=M_S/M_T \times Q_T/Q_S$

M_S：エタノール(99.5)の秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)

内標準溶液　1－プロパノール溶液(1→2000)
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3.2mm，長さ1.5mの管に150～180μmのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0075μm，比表面積500～600m^2/g)を充てんする．
カラム温度：135℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：エタノールの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液1μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液1μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉　1.4～2.8%(0.6g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉　0.3%以下(1g)．

定量法　本品及びドキシサイクリン塩酸塩標準品約50mg(力価)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〉により試験を行い，それぞれの液のドキシサイクリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドキシサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_8$)の量[μg(力価)]
$=M_S \times A_T/A_S \times 1000$

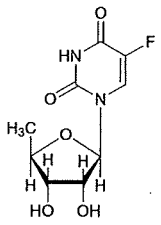
M_S：ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)
カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.0gを水450mLに溶かす．この液にメタノール／*N,N*－ジメチル－*n*－オクチルアミン混液(550：3)553mLを加えた後，水酸化ナトリウム溶液(43→200)を加えてpH8.0に調整する．
流量：ドキシサイクリンの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキシサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ドキシフルリジン

Doxifluridine



$C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19

5′-Deoxy-5-fluorouridine

[*3094-09-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.1mol/L塩酸試液又は0.01mol/L水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約191℃(分解)．

確認試験

（1）　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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_{365}^{20}$：＋160～＋174°(乾燥後，0.1g，水，10mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.2～5.2である．

純度試験

（1）　フッ化物　本品0.10gを薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)10.0mLに溶かす．この液5.0mLを20mLのメスフラスコにとり，アセトン／ランタン－アリザリンコンプレキソン試液混液(2：1)5mLを加え，更に水を加えて20mLとした後，1時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液1.0mLを20mLのメスフラスコにとり，薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え，アセトン／ランタン－アリザリンコンプレキソン試液混液(2：1)5mLを加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，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)5.0mL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620nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.30gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.035%以下)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品20mgをメタノール2mL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25mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に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．次に酢酸エチル／酢酸(100)／水混液(17：2：1)を展開溶媒として約12cm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，3個以下で，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℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mLを加えて溶かし，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)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝24.62mg $C_9H_{11}FN_2O_5$

貯法　容器　気密容器．

ドキシフルリジンカプセル

Doxifluridine Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19)を含む．

製法　本品は「ドキシフルリジン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドキシフルリジン」20mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液に溶かし100mLとした後，ろ過する．ろ液1mLをとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて20mLとした液につき，0.1mol/L塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267～271nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「ドキシフルリジン」20mgに対応する量をとり，メタノール2mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドキシフルリジン20mgをメタノール2mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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．次に酢酸エチル／酢酸(100)／水混液(17：2：1)を展開溶媒として，約12cm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R_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中にドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)約13μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを105℃で4時間乾燥し，その約26mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mL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につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長269nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量(mg)
C：1カプセル中のドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従いドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，水40mLを加え，10分間振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水／メタノール混液(5：3)を加えて100mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを105℃で4時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，水／メタノール混液(5：3)を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

ドキシフルリジン($C_9H_{11}FN_2O_5$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量(mg)

内標準溶液　無水カフェイン溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(13：7)

流量：ドキシフルリジンの保持時間が約2.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキシフルリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

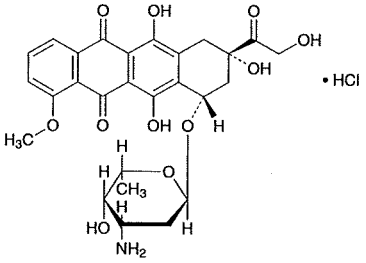
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比の相対標準偏差は，1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride

塩酸ドキソルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98

(2*S*,4*S*)-4-(3-Amino-2,3,6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2,5,12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-7-methoxy-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-6,11-dione monohydrochloride

[*25316-40-9*]

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり980～1080μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋240～＋290°(脱水物に換算したもの20mg，メタノール，20mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品50mgを水10mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品50mgを水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　本品25mgを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．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，試料溶液のドキソルビシン以外のピークの面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のドキソルビシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム3gを薄めたリン酸(7→5000)1000mLに溶かす．この液にアセトニトリル1000mLを加える．

流量：ドキソルビシンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：ドキソルビシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たドキソルビシンのピーク面積が，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：本品5mgを水20mLに溶かし，リン酸1.5mLを加えて，室温で30分間放置する．この液に2mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH2.5に調整した液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキソルビシンに対する相対保持時間約0.6のドキソルビシノン，ドキソルビシンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドキソルビシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びドキソルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に25mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に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につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長495nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：ドキソルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

注射用ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸ドキソルビシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98)を含む．

製法　本品は「ドキソルビシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は赤だいだい色の粉末又は塊である．

確認試験　本品の表示量に従い「ドキソルビシン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，メタノールに溶かし，100mLとする．この液5mLにメタノールを加えて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するとき，波長231～235nm，250～254nm，477～481nm及び493～497nmに吸収の極大を示し，528～538nmに吸収の肩を示す．

ｐＨ〈2.54〉　本品の表示量に従い「ドキソルビシン塩酸塩」10mg(力価)に対応する量をとり，水2mLに溶かした液のpHは5.0～6.0である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「ドキソルビシン塩酸塩」50mg(力価)に対応する量をとり，水10mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

水分〈2.48〉　4.0%以下(0.25g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈4.01〉　2.50EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ドキソルビシン塩酸塩」約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相に溶かし，100mLとし，試料溶液とする．別にドキソルビシン塩酸塩標準品約10mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドキソルビシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ドキソルビシン塩酸塩($C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ドキソルビシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム3gを薄めたリン酸(7→5000)1000mLに溶かす．この液にアセトニトリル1000mLを加える．

流量：ドキソルビシンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドキソルビシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上であり，ドキソルビシンのピークのシンメトリー係数は，0.8～1.2である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ドキソルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

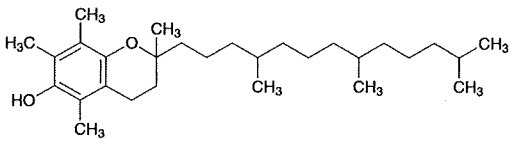
貯法　容器　密封容器．

トコフェロール

Tocopherol

dl－α－トコフェロール

ビタミンE



$C_{29}H_{50}O_2$：430.71

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-ol

[*10191-41-0*]

本品は定量するとき，*dl*－α－トコフェロール($C_{29}H_{50}O_2$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色～赤褐色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール(99.5)，アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル又は植物油と混和する．

本品はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって酸化されて，暗赤色となる．

確認試験

（1）　本品0.01gをエタノール(99.5)10mLに溶かし，硝酸2mLを加え，75℃で15分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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トコフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(292nm)：71.0～76.0(10mg，エタノール(99.5)，200mL)．

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.503～1.507

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.947～0.955

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(99.5)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液Cより濃くない．

（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)．

定量法　本品及びトコフェロール標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に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，それぞれの液のトコフェロールのピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

トコフェロール($C_{29}H_{50}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times H_T / H_S$

M_S：トコフェロール標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：292nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(49：1)

流量：トコフェロールの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び酢酸トコフェロール0.05gずつをエタノール(99.5)50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，酢酸トコフェロールの順に溶出し，その分離度は2.6以上である．

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5回繰り返すとき，トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

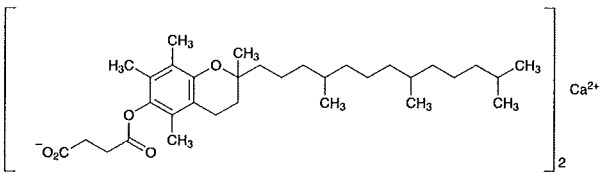
容器　気密容器．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム

Tocopherol Calcium Succinate

コハク酸トコフェロールカルシウム

ビタミンEコハク酸エステルカルシウム



$C_{66}H_{106}CaO_{10}$：1099.62

Monocalcium bis{3-[2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yloxycarbonyl]propanoate}

[*14638-18-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*－α－トコフェロールコハク酸エステルカルシウム($C_{66}H_{106}CaO_{10}$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく，水，エタノール(95)又はアセトンにほとんど溶けない．

本品1gに酢酸(100)7mLを加えて振り混ぜるとき，溶け，しばらく放置すると濁りを生じる．

本品は酢酸(100)に溶ける．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品0.05gを酢酸(100)1mLに溶かし，エタノール(99.5)9mLを混和する．これに発煙硝酸2mLを加え，75℃で15分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品を乾燥し，その0.08gを四塩化炭素0.2mLに溶かす．この液につき，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．

（3）　本品5gをクロロホルム30mLに溶かし，塩酸10mLを加え，10分間振り混ぜた後，水層を分取し，これをアンモニア試液で中和した液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(286nm)：36.0～40.0(10mg，クロロホルム，100mL)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5mLに0.5mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．

（2）　アルカリ　本品0.20gにジエチルエーテル10mL，水2mL，フェノールフタレイン試液1滴及び0.1mol/L塩酸0.10mLを加えて振り混ぜるとき，水層は赤色を呈しない．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.10gを酢酸(100)4mLに溶かし，水20mL及びジエチルエーテル50mLを加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層に水10mLを加え，振り混ぜ，水層を分取する．水層を合わせ，これに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は本品の代わりに0.01mol/L塩酸0.60mLを用い，同様に操作して製する(0.212%以下)．

（4）　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を用いる(20ppm以下)．

（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)．

（6）　α－トコフェロール　本品0.10gをとり，クロロホルム10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品50mgをとり，クロロホルムに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に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10μL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．次にトルエン／酢酸(100)混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)六水和物のエタノール(99.5)溶液(1→500)を均等に噴霧した後，更に2,2′－ビピリジルのエタノール(99.5)溶液(1→200)を均等に噴霧して2～3分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1g，減圧，酸化リン(Ⅴ)，24時間)．

定量法　本品及びトコフェロールコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)／薄めた酢酸(100)(1→5)混液(9：1)に溶かし，正確に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*〉により試験を行う．それぞれの液のトコフェロールコハク酸エステルのピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム($C_{66}H_{106}CaO_{10}$)の量(mg)

$= M_S \times H_T / H_S \times 1.036$

M_S：トコフェロールコハク酸エステル標準品の秤取量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：284nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μm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：室温

移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(97：2：1)

流量：トコフェロールコハク酸エステルの保持時間が約8分になるように調整する．

カラムの選定：コハク酸トコフェロール及びトコフェロール0.05gずつをエタノール(99.5)／薄めた酢酸(100)(1→5)混液(9：1)50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロールコ

ハク酸エステル，トコフェロールの順に溶出し，その分離度が2.0以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を5回繰り返すとき，トコフェロールコハク酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

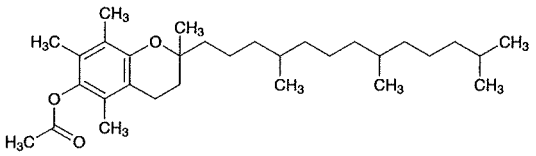
トコフェロール酢酸エステル

Tocopherol Acetate

酢酸トコフェロール

酢酸*dl*－α－トコフェロール

ビタミンE酢酸エステル



$C_{31}H_{52}O_3$：472.74

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl acetate

[*7695-91-2*]

本品は定量するとき，*dl*－α－トコフェロール酢酸エステル($C_{31}H_{52}O_3$)96.0～102.0%を含む．

性状　本品は無色～黄色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール(99.5)，アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル，ヘキサン又は植物油と混和する．

本品はエタノール(95)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって変化する．

確認試験

（1）　本品0.05gをエタノール(99.5)10mLに溶かし，硝酸2mLを加え，75℃で15分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の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トコフェロール酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(284nm)：41.0～45.0(10mg，エタノール(99.5)，100mL)．

屈折率〈*2.45*〉　n^{20}_{D}：1.494～1.499

比重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.952～0.966

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをエタノール(99.5)10mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5mLに0.5mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第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)．

（3）　α－トコフェロール　本品0.10gをとり，ヘキサン10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品50mgをとり，ヘキサンに溶かし，正確に100mLとする．この液1mLを正確に量り，ヘキサンを加えて正確に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10μL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．次にトルエン／酢酸(100)混液(19：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)六水和物のエタノール(99.5)溶液(1→500)を均等に噴霧した後，更に2,2′－ビピリジルのエタノール(99.5)溶液(1→200)を均等に噴霧して2～3分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

定量法　本品及びトコフェロール酢酸エステル標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に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，それぞれの液のトコフェロール酢酸エステルのピーク高さH_T及びH_Sを測定する．

トコフェロール酢酸エステル($C_{31}H_{52}O_3$)の量(mg)
$= M_S \times H_T / H_S$

M_S：トコフェロール酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：284nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(49：1)

流量：トコフェロール酢酸エステルの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びトコフェロール0.05gずつをエタノール(99.5)50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，トコフェロール酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は2.6以上である．

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5回繰り返すとき，トコフェロール酢酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

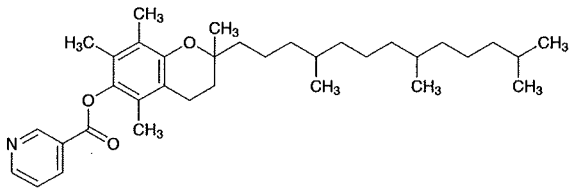
トコフェロールニコチン酸エステル

Tocopherol Nicotinate

ニコチン酸トコフェロール

ニコチン酸*dl*－α－トコフェロール

ビタミンEニコチン酸エステル



$C_{35}H_{53}NO_3$：535.80

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl nicotinate

[*51898-34-1*]

本品は定量するとき，*dl*－α－トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)96.0%以上を含む．

性状　本品は黄色～だいだい黄色の液体又は固体である．

本品はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール(99.5)溶液(1→10)は旋光性を示さない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，必要ならば加温して溶かし，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トコフェロールニコチン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．

純度試験

（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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.05gをエタノール(99.5)50mLに溶かし，試料溶液とする．この液7mLを正確に量り，エタノール(99.5)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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の0.8～0.9倍の保持時間のピーク面積は，標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の4／7より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：メタノール／水混液(19：1)

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の約1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に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，エタノール(99.5)を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品0.05g及びトコフェロール0.25gをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品及びトコフェロールニコチン酸エステル標準品約50mgずつを精密に量り，それぞれをエタノール(99.5)に溶かし，正確に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5μL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，それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.05g及びトコフェロール0.25gをエタノール(99.5)100mLに溶かす．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5μLにつき，上記の条件で

試験を6回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は0.8%以下である．

貯法

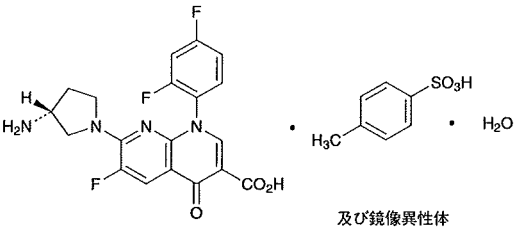
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トスフロキサシントシル酸塩水和物

Tosufloxacin Tosilate Hydrate

トシル酸トスフロキサシン



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S \cdot H_2O$：594.56

7-[(3*RS*)-3-Aminopyrrolidin-1-yl]-1-(2,4-difluorophenyl)-6-fluoro-4-oxo-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid monotosylate monohydrate

[*115964-29-9*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トスフロキサシントシル酸塩($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S$：576.54)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

融点：約254℃(分解)．

確認試験

（1）　本品は紫外線(主波長254nm)を照射するとき，淡青白色の蛍光を発する．

（2）　本品10mgをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品のメタノール／水酸化ナトリウム試液混液(49：1)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトスフロキサシントシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトスフロキサシントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gを*N,N*－ジメチルホルムアミド40mLに溶かし，希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて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0.20mLに希硝酸6mL及び*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて50mLとする(0.007%以下)．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，強熱温度は750～850℃とし，残留物には希塩酸10mLを加える(2ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品10mgを量り，移動相B 12mLに溶かし，水を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に50mL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*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトシル酸及びトスフロキサシン以外のピークの面積は，標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の3／4より大きくない．また，試料溶液のトシル酸及びトスフロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272nm)

カラム：内径3.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相A：水300～500mLにメタンスルホン酸100mLを氷冷しながら徐々に加え，更に氷冷しながらトリエチルアミン100mLを徐々に加え，水を加えて1000mLとする．この液10mLに水143mL，アセトニトリル40mL及び緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液7mLを加える．

移動相B：水300～500mLにメタンスルホン酸100mLを氷冷しながら徐々に加え，更に氷冷しながらトリエチルアミン100mLを徐々に加え，水を加えて1000mLとする．この液10mLにアセトニトリル100mL，水83mL及び緩衝液用1mol/Lリン酸水素二カリウム試液7mLを加える．

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 1	100	0
1 ～ 16	100 → 0	0 → 100
16 ～ 35	0	100

流量：毎分0.5mL

面積測定範囲：トスフロキサシンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たトスフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のトスフロキサシンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トスフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トスフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

水分 〈2.48〉　2.5～3.5%(30mg，電量滴定法)．

定量法　本品及びトスフロキサシントシル酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mg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100mLとする．この液20mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトスフロキサシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トスフロキサシントシル酸塩($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3 \cdot C_7H_8O_3S$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液／ジブチルアミンのメタノール溶液(1→2500)混液(3：1)に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.5に調整する．

流量：トスフロキサシンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トスフロキサシンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトスフロキサシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

1 トスフロキサシントシル酸塩錠

Tosufloxacin Tosilate Tablets

トシル酸トスフロキサシン錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O：594.56)を含む．

製法　本品は「トスフロキサシントシル酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トスフロキサシントシル酸塩水和物」75mgに対応する量をとり，メタノール／水酸化ナトリウム試液混液(49：1)200mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，メタノール／水酸化ナトリウム試液混液(49：1)100mLを加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260～264nm，341～345nm及び356～360nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水V／10mLを加えて崩壊するまで振り混ぜた後，1mL中にトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)約1.5mgを含む液になるようにメタノールを加えて正確にV mLとする．この液を10分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の量(mg)

$$= M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{V}{20} \times 1.031$$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→800)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は65%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)約17μgを含む液となるようにpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトスフロキサシントシル酸塩標準品(別途「トスフロキサシントシル酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約21mgを精密に量り，*N*,*N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長346nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 72 \times 1.031$$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)約0.15gに対応する量を精密に量り，水10mLを加えた後，メタノールを加えて正確に100mLとし，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，試料溶液とする．別にトスフロキサシントシル酸塩標準品(別途「トスフロキサシントシル酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，水2mLを加えた後，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトスフロキサシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トスフロキサシントシル酸塩水和物($C_{19}H_{15}F_3N_4O_3$・$C_7H_8O_3S$・H_2O)の量(mg)

$$= M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5 \times 1.031$$

M_S：脱水物に換算したトスフロキサシントシル酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→800)

試験条件

「トスフロキサシントシル酸塩水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

「トスフロキサシントシル酸塩水和物」の定量法のシステム適合性を準用する．

貯法　容器　密閉容器．

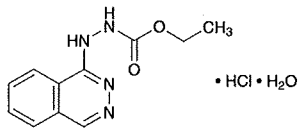
トドララジン塩酸塩水和物

Todralazine Hydrochloride Hydrate

塩酸エカラジン

塩酸トドララジン

トドララジン塩酸塩



$C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$：286.71

Ethyl 2-(phthalazin-1-yl)hydrazinecarboxylate monohydrochloride monohydrate

[*3778-76-5*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トドララジン塩酸塩($C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl$：268.70)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

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，水にやや溶けやすく，エタノール(95)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．

本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→200)2mLに硝酸銀・アンモニア試液5mLを加えるとき，液は混濁し，黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.30gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.012%以下)．

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品50mgを移動相100mL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200mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトドララジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトドララジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径3.9mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.10gを薄めたメタノール(2→5)1000mLに溶かす．この液に酢酸(100)を加えてpH3.0～3.5に調整する．

流量：トドララジンの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトドララジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液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から得たトドララジンのピーク面積が，標準溶液のトドララジンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品及びフタル酸水素カリウム5mgずつを移動相100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，フタル酸，トドララジンの順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トドララジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0～7.5%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.4gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，無水酢酸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．

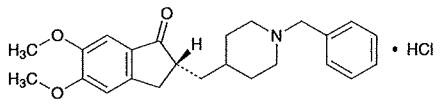
0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.87mg $C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

ドネペジル塩酸塩

Donepezil Hydrochloride

塩酸ドネペジル



及び鏡像異性体

$C_{24}H_{29}NO_3 \cdot HCl$：415.95

(2*RS*)-2-[(1-Benzylpiperidin-4-yl)methyl]-5,6-dimethoxy-2,3-dihydro-1*H*-inden-1-one monohydrochloride

[*120011-70-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドネペジル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと参照スペクトル又はドネペジル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これら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再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを磁製又は白金製るつぼにとり，硫酸5mLを加えて混和し，徐々に加熱して灰化した後，500～600℃で強熱する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び500～600℃で強熱して灰化する．冷後，残留物を塩酸3mLに溶かし，水浴又はホットプレート上で蒸発乾固し，残留物に水10mLを加え，加温して溶かす．以下第4法と同様に操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50mgを移動相25mLに溶かす．この液10mLをとり，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液5mL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，試料溶液のドネペジル以外のピークの面積は，標準溶液のドネペジルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドネペジルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　0.2%以下(0.2g，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びドネペジル塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に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，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：271nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：1－デカンスルホン酸ナトリウム2.5gを水650mLに溶かした液に，アセトニトリル350mL及び過塩素酸1mLを加える．

流量：ドネペジルの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ドネペジル塩酸塩細粒

Donepezil Hydrochloride Fine Granules

塩酸ドネペジル細粒

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl：415.95)を含む．

製法　本品は「ドネペジル塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液2.5mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm，269～273nm及び313～317nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，1mL中にドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約0.2mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液VmLを正確に加え，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せた後，更に10分間超音波処理する．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mL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，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジ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4000段以上，1.5以下である．

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，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従いドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約3mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約55mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとする．更にこの液3mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 27 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液(650：350：1)

流量：ドネペジルの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液30mLを加え，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せた後，更に15分間超音波処理する．0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mL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，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ドネペジル塩酸塩錠

Donepezil Hydrochloride Tablets

塩酸ドネペジル錠

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl：415.95)を含む．

製法　本品は「ドネペジル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液2.5mLをとり，水を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228～232nm，269～273nm及び313～317nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約0.2mgを含む液となるようにメタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)V mLを正確に加え，超音波処理を行いながら，崩壊するまで振り混ぜる．更に10分間超音波処理する．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)を加えて正確に50mL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，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジ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4000段以上，1.5以下である．

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，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約3.3μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約55mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとする．更にこの液3mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液(650：350：1)

流量：ドネペジルの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)約20mgに対応する量を精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)30mLを加え，超音波処理した後，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドネペジル塩酸塩標準品(別途「ドネペジル塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)に溶かし，正確に25mLとする．この液10mLを正確に量り，メタノール／0.1mol/L塩酸試液混液(3：1)を加えて正確に50mL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，それぞれの液のドネペジルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ドネペジル塩酸塩($C_{24}H_{29}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

M_S：脱水物に換算したドネペジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

「ドネペジル塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドネペジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

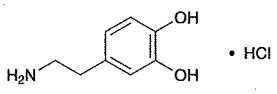
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドネペジルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ドパミン塩酸塩

Dopamine Hydrochloride

塩酸ドパミン



$C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$：189.64

4-(2-Aminoethyl)benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*62-31-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$)98.5%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．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

融点：約248℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.8gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.021%以下)．

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　類縁物質　本品0.1g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250mL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セルロース(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に1－プロパノール／水／酢酸(100)混液(16：8：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後，90℃で10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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，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0.2gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，水浴上で15分間加熱する．冷後，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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝18.96mg $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

ドパミン塩酸塩注射液

Dopamine Hydrochloride Injection

塩酸ドパミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の97.0～103.0%に対応するドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64)を含む．

製法　本品は「ドパミン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ドパミン塩酸塩」0.04gに対応する容量をとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする．この液5mLをとり，0.1mol/L塩酸試液を加えて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するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉　3.0～5.0

エンドトキシン〈4.01〉　4.2EU/mg未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl)約30mgに対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，内標準溶液2.5mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ドパミンを105℃で3時間乾燥し，その約30mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとする．この液2.5mLを正確に量り，内標準溶液2.5mLを正確に加え，更に移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ドパミン塩酸塩($C_8H_{11}NO_2$・HCl)の量(mg)$=M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用塩酸ドパミンの秤取量(mg)

内標準溶液　ウラシルの移動相溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液

流量：ドパミンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

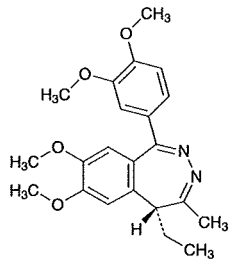
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ドパミンの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ドパミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

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

トフィソパム

Tofisopam



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{26}N_2O_4$：382.45

(5*RS*)-1-(3,4-Dimethoxyphenyl)-5-ethyl-7,8-dimethoxy-4-methyl-5*H*-2,3-benzodiazepine

[*22345-47-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール(95)溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

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

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

融点〈*2.60*〉　155～159℃

純度試験

（1）　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1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　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)．

（3）　類縁物質　本品0.05gをアセトン10mL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25mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に20mL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．次に酢酸エチル／アセトン／メタノール／ギ酸混液(24：12：2：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，60℃，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0.2g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(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＝38.25mg $C_{22}H_{26}N_2O_4$

貯法

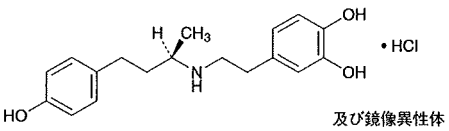
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ドブタミン塩酸塩

Dobutamine Hydrochloride

塩酸ドブタミン



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl：337.84

4-{2-[(1*RS*)-3-(4-Hydroxyphenyl)-1-methylpropylamino]ethyl}benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*49745-95-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドブタミン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～ごくうすいだいだい色の結晶性の粉末又は粒である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(95)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．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したドブタミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.5である．

融点〈*2.60*〉　188～191℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水30mL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に水40mLを加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10g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／メタノール／ギ酸混液(78：22：5)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に5分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びドブタミン塩酸塩標準品を乾燥し，その約0.1gずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，薄めたメタノール(1→2)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ドブタミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ドブタミン塩酸塩($C_{18}H_{23}NO_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ドブタミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　サリチルアミドの薄めたメタノール(1→2)溶液(1→125)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cm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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH3.0の酒石酸緩衝液／メタノール混液(7：3)

流量：ドブタミンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

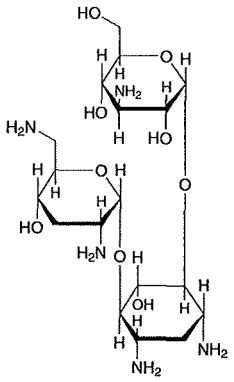
システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドブタミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液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ドブタミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トブラマイシン

Tobramycin



$C_{18}H_{37}N_5O_9$：467.51

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,6-trideoxy-α-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine

[*32986-56-4*]

本品は，*Streptomyces tenebrarius*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1mg当たり900～1060μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，トブラマイシン($C_{18}H_{37}N_5O_9$)としての量を質量(力価)で示す．

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，ホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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^{1}Hを測定するとき，δ 5.1ppm付近に二重線のシグナルAを，δ 2.6～4.0ppm付近に多重線のシグナルBを，δ 1.0～2.1ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ1：8：2である．

（2） 本品及びトブラマイシン標準品10mgずつを水1mL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，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4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液／1－ブタノール／メタノール混液(5：5：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，100℃で5分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋138～＋148°(脱水物に換算したもの1g，水，25mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは9.5～11.5である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（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3.0mLを加える(30ppm以下)．

（3） 類縁物質 本品80mgを薄めたアンモニア水(28)(1→250)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，薄めたアンモニア水(28)(1→250)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．次にアンモニア水(28)／エタノール(95)／2－ブタノン混液(1：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾し，更に110℃で10分間乾燥する．直ちに，これに水／次亜塩素酸ナトリウム試液混液(4：1)を噴霧した後，風乾し，更にヨウ化カリウムデンプン試液を噴霧するとき，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．

水分〈*2.48*〉 11.0%以下(0.1g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(3：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0%以下(0.5g)．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる．

(iii) 標準溶液 トブラマイシン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとし，標準原液とする．標準原液は5～15℃で保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)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．

(iv) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25mLとする．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

トブラマイシン注射液

Tobramycin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0～110.0%に対応するトブラマイシン($C_{18}H_{37}N_5O_9$：467.51)を含む．

製法　本品は「トブラマイシン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～ごくうすい黄色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「トブラマイシン」10mg(力価)に対応する容量をとり，水を加えて1mLとし，試料溶液とする．別にトブラマイシン標準品10mg(力価)に対応する量を水1mLに溶かし，標準溶液とする．以下「トブラマイシン」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ 〈*2.54*〉　5.0～7.0

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.50EU/mg(力価)未満．

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

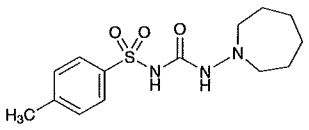
(ⅰ)　試験菌，培地及び標準溶液は，「トブラマイシン」の定量法を準用する．

(ⅱ)　試料溶液　本品5mLを正確に量り，1mL中に「トブラマイシン」1mg(力価)を含む液となるようにpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加える．この液適量を正確に量り，pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に8μg(力価)及び2μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

トラザミド

Tolazamide



$C_{14}H_{21}N_3O_3S$：311.40

N-(Azepan-1-ylcarbamoyl)-
4-methylbenzenesulfonamide

[*1156-19-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラザミド($C_{14}H_{21}N_3O_3S$)97.5～102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)又は*n*－ブチルアミンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約168℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.02gに水5mL及び*n*－ブチルアミン1mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2～3滴を加えてよく振り混ぜた後，クロロホルム5mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（2）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラザミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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トラザミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　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)．

（2）　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)．

（3）　類縁物質　本品0.20gをアセトンに溶かし，正確に10mLとし，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200mLとし，標準溶液(1)とする．別に*p*－トルエンスルホンアミド20mgをアセトンに溶かし，正確に200mLとし，標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／シクロヘキサン／薄めたアンモニア水(28)(10→11)混液(200：100：60：23)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これを110℃で10分間加熱し，直ちに塩素に2分間さらした後，薄層板の原線より下の部分にヨウ化カリウムデンプン試液1滴を滴加したとき極めて薄い青色を呈するまで冷風を当てる．これにヨ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(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)から得た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(1)から得たスポットより濃くない．

（4）　*N*－アミノヘキサメチレンイミン　本品0.50gにアセトン2.0mLを加え，密栓して15分間激しく振り混ぜた後，pH5.4のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液8.0mLを加えて振り混ぜ，15分間放置した後，ろ過する．ろ液に三ナトリウム五シアノアミン鉄(Ⅱ)試液1.0mLを加えて振り混ぜ，30分以内に現れる液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*－アミノヘキサメチレンイミン0.125gをアセトンに溶かし，正確に100mL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とする．この液2.0mLをとり，pH5.4のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液8.0mLを加えて振り混ぜ，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品及びトラザミド標準品を乾燥し，その約30mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トラザミド($C_{14}H_{21}N_3O_3S$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トラザミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　トルブタミドのエタノール不含クロロホルム溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／水飽和ヘキサン／テトラヒドロフラン／エタノール(95)／酢酸(100)混液(475：475：20：15：9)

流量：トラザミドの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

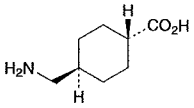
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トラザミドの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

トラネキサム酸

Tranexamic Acid



$C_8H_{15}NO_2$：157.21

trans-4-(Aminomethyl)cyclohexanecarboxylic acid

[*1197-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラネキサム酸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．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.0～8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下)．

（3）　重金属　本品2.0gを水に溶かして20mLとし，試料原液とする．試料原液12mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液2mLを加え，振り混ぜる．この液にチオアセトアミド試液1.2mLを加えて直ちに振り混ぜ，試料溶液とする．別に鉛標準液1mL，試料原液2mL及び水9mLの混液を用いて同様に操作し，標準溶液とする．また，水10mL及び試料原液2mLの混液を用いて同様に操作し，対照溶液とする．標準溶液の呈する色は，対照溶液よりわずかに濃いことを確認する．各溶液を調製した2分後に試料溶液及び標準溶液を比較するとき，試料溶液の呈する色は標準溶液より濃くない(10ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを水10mLに溶かして検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.20gを水20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとし，この液1mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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，トラネキサム酸に対する相対保持時間約1.5の試料溶液から得たピークの面積に1.2の感度係数を乗じた面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の2／5より大きくなく，トラネキサム酸に対する相対保持時間約2.1の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の1／5より大きくない．また，これらのピーク及びトラネキサム酸以外の試料溶液の各々のピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の1／5より大きくない．ただし，トラネキサム酸に対する相対保持時間約1.1のピークの面積には0.005の感度係数を乗じ，相対保持時間約1.3のピークの面積には0.006の感度係数を乗じる．また，試料溶液から得たトラネキサム酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラネキサム酸の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液20μLから得たトラネキサム酸のピーク面積が，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の14～26%になることを確認する．

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，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は7%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びトラネキサム酸標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に25mL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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

$$\text{トラネキサム酸}(C_8H_{15}NO_2)\text{の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径6.0mm，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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム11.0gを水500mLに溶かし，トリエチルアミン5mL及びラウリル硫酸ナトリウム1.4gを加える．リン酸又はリン酸溶液(1→10)でpH2.5に調整した後，水を加えて600mLとする．この液にメタノール400mLを加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は0.6%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

トラネキサム酸カプセル

Tranexamic Acid Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$：157.21)を含む．

製法　本品は「トラネキサム酸」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「トラネキサム酸」0.5gに対応する量をとり，水50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，3分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性 〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性 〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約0.28mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，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〉 により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 900$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)
C：1カプセル中のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)
カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：無水リン酸二水素ナトリウム11.0gを水500mLに溶かし，トリエチルアミン10mL及びラウリル硫酸ナトリウム1.4gを加える．この液にリン酸を加え，pH2.5に調整し，水を加えて600mLとする．この液にメタノール400mLを加える．
流量：トラネキサム酸の保持時間が約8分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約0.1gに対応する量を精密に量り，水30mLを加え，よく振り混ぜた後，水を加えて正確に50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μL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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．
カラム温度：35℃付近の一定温度
流量：トラネキサム酸の保持時間が約16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5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トラネキサム酸錠

Tranexamic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$：157.21)を含む．

製法　本品は「トラネキサム酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トラネキサム酸」0.5gに対応する量をとり，水50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，3分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性 〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約5gに対応する量を精密に量り，水150mLを加え，超音波を用いて完全に崩壊させた後，水を加えて正確に200mLとする．この液を遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μL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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 100$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約16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5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トラネキサム酸注射液

Tranexamic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$：157.21)を含む．

製法　本品は「トラネキサム酸」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「トラネキサム酸」50mgに対応する容量をとり，水を加えて5mLとし，ニンヒドリン試液1mLを加え，加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

pH 〈2.54〉　7.0～8.0

エンドトキシン 〈4.01〉　0.12EU/mg未満．

採取容量 〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈6.06〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌 〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に50mLとし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液30μL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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の量(mg)$=M_S \times A_T / A_S$

M_S：トラネキサム酸標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約16分になるように調整する．

システム適合性

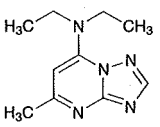
システムの性能：標準溶液5mLをとり，別に4－アミノメチル安息香酸10mgを水に溶かし，100mLとした液1mLを加えた後，水を加えて50mLとする．この液30μLにつき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4－アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液30μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

トラピジル

Trapidil



$C_{10}H_{15}N_5$：205.26

7-Diethylamino-5-methyl[1,2,4]triazolo[1,5-*a*]pyrimidine

[*15421-84-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラピジル($C_{10}H_{15}N_5$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又は酢酸(100)に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～7.5である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)5mLにドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(307nm)：860～892(乾燥後，20mg，水，2500mL)．

融点〈*2.60*〉　101～105℃

純度試験

（1）　溶状　本品2.5gを水10mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.018%以下)．

（3）　アンモニウム　本品0.05gをとり，共栓三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液10滴を加えてよく湿潤させ，栓をする．これを37℃で15分間放置するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを水40mLに溶かし，希塩酸1.5mL，希酢酸2mL及び水を加え50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（5）　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)．

（6）　類縁物質　本品0.10gをメタノール4mL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20mL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調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／エタノール(95)／酢酸(100)混液(85：13：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に60分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，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，減圧，シリカゲル，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

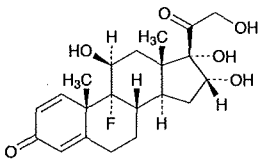
定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸(100)20mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝20.53mg $C_{10}H_{15}N_5$

貯法　容器　気密容器．

トリアムシノロン

Triamcinolone



$C_{21}H_{27}FO_6$：394.43

9-Fluoro-11β,16α,17,21-tetrahydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

[*124-94-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロン($C_{21}H_{27}FO_6$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はアセトンに溶けにくく，水，2－プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約264℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1mgをエタノール(95)6mLに溶かし，2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール試液5mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で30分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品0.01gに水5mL及びフェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　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トリアムシノロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロン標準品のそれぞれ0.1gずつに2－プロパノール／水混液(2：1)7mLを加え，加温して溶かす．これを氷冷し，析出した結晶をろ取し，水10mLで2回洗った後，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋65～＋71°(乾燥後，0.1g，*N,N*－ジメチルホルムアミド，10mL，100mm)．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(0.5g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びトリアムシノロン標準品を乾燥し，その約20mgずつを精密に量り，それぞれをL－アスコルビン酸のメタノール溶液(1→1000)に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後，L－アスコルビン酸のメタノール溶液(1→1000)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*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

トリアムシノロン($C_{21}H_{27}FO_6$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トリアムシノロン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチル15mgを，L－アスコルビン酸のメタノール溶液(1→1000)に溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.0mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリアムシノロンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比の相対標準偏差は1.5%以下である．

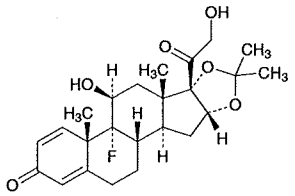
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トリアムシノロンアセトニド

Triamcinolone Acetonide



$C_{24}H_{31}FO_6$：434.50

9-Fluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione

[*76-25-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロンアセトニド($C_{24}H_{31}FO_6$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール(99.5)，アセトン又は1,4－ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約290℃(分解)．

確認試験

（1）　本品2mgをエタノール(95)40mLに溶かし，2,6－ジ－*t*－ブチルクレゾール試液5mL及び水酸化ナトリウム試液5mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で20分間加熱するとき，液は緑色を呈する．

（2）　本品0.01gに水5mL及びフェーリング試液1mLを加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.01gをとり，0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリアムシノロンアセトニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　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トリアムシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品のそれぞれ0.1gずつにエタノール(95)20mLを加えて溶かした後，エタノールを蒸発し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋100～＋107°(乾燥後，0.1g，1,4－ジオキサン，10mL，100mm)．

純度試験

（1）　**重金属**〈*1.07*〉　本品0.5gをとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以下)．

（2）　**類縁物質**　本品40mgをアセトン4mL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20μL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／メタノール混液(93：7)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約20mg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50mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後，移動相を加えて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20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求める．

トリアムシノロンアセトニド($C_{24}H_{31}FO_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トリアムシノロンアセトニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　プレドニゾロンのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

カラム：内径4.6mm，長さ30cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリアムシノロンアセトニドの保持時間が約13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10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリアムシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比の相対標準偏差は1.0%以下である．

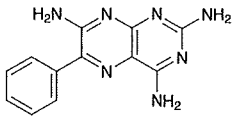
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トリアムテレン

Triamterene



$C_{12}H_{11}N_7$：253.26

6-Phenylpteridine-2,4,7-triamine

[*396-01-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)98.5%以上を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，水，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．

本品は，硝酸又は硫酸に溶けるが，希硝酸，希硫酸又は希塩酸に溶けない．

確認試験

（1）　本品0.01gに水10mLを加えて加熱し，冷後，ろ過するとき，ろ液は紫色の蛍光を発する．この液2mLに塩酸0.5mLを加えるとき，液の蛍光は消える．

（2）　(1)のろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品0.01gを酢酸(100)100mLに溶かす．この液10mLに水を加えて100mL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．

純度試験

（1）　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)．

（2）　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)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをジメチルスルホキシド20mLに溶かす．この液2mLにメタノールを加えて50mLとし，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5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アンモニア水(28)／メタノール混液(9：1：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長365nm)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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0.15gを精密に量り，酢酸(100)100mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.05mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05mol/L過塩素酸1mL＝12.66mg $C_{12}H_{11}N_7$

貯法　容器　密閉容器．

歯科用トリオジンクパスタ

Dental Triozinc Paste

本品は「パラホルムアルデヒド」，「チモール」，無水硫酸亜鉛及び「酸化亜鉛」を含む散剤と，「クレゾール」，「カリ石ケン」及び「グリセリン」を含む液剤とからなる．用時両者の適量を研和して使用する．

製法

（1）　散剤

パラホルムアルデヒド，細末	10g
チモール，細末	3g
硫酸亜鉛水和物	9g
酸化亜鉛	82g
全量	約100g

「硫酸亜鉛水和物」をあらかじめ約250℃で加熱して無水硫酸亜鉛とし，冷後，細末としてこれに「チモール」，「パラホルムアルデヒド」及び「酸化亜鉛」を均等に混和して製する．

（2）　液剤

クレゾール	40g
カリ石ケン	40g
グリセリン	20g
全量	100g

「カリ石ケン」を「クレゾール」及び「グリセリン」の混液に溶かして製する．

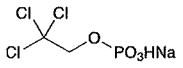
性状　散剤は白色微細の粉末で，特異なにおいがあり，液剤は黄褐色～赤褐色澄明濃稠の液で，クレゾールのにおいがある．

貯法　容器　気密容器．

トリクロホスナトリウム

Triclofos Sodium

リン酸トリクロルエチルナトリウム



$C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37

Monosodium 2,2,2-trichloroethyl monohydrogenphosphate

[*7246-20-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロホスナトリウム($C_2H_3Cl_3NaO_4P$)97.0～102.0％を含み，また，塩素(Cl：35.45)41.0～43.2％を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，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溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

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

（2）　本品0.5gに硝酸10mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，更に直火で強熱する．残留物を水5mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品0.1gに無水炭酸ナトリウム1gを加え，10分間加熱する．冷後，残留物を水40mLに溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.0～4.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.178％以下)．

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　遊離リン酸　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液5mLずつを正確に量り，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液1mLずつを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に25mLとし，20℃で30分間放置する．これらの液につき，水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長740nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は，1.0％以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の含量(％)＝$1/M \times A_T/A_S \times 258.0$

M：本品の秤取量(mg)

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0％以下(1g，減圧，100℃，3時間)．

定量法

（1）　トリクロホスナトリウム　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，硫酸2mL及び硝酸2.5mLを加え，褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する．冷後，硝酸1mLを加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．この液を水150mLを用いてフラスコに移し，酸化モリブデン(Ⅲ)・クエン酸試液50mLを加え，穏やかに沸点まで加熱した後，かき混ぜながらキノリン試液25mLを徐々に加え，水浴上で5分間加熱する．冷後，沈殿をろ過し，更に洗液が酸性を呈しなくなるまで水洗した後，この沈殿を水100mLを用いてフラスコに移し，0.5mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加えて溶かし，0.5mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン・チモールブルー試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL
＝4.834mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

（2）　塩素　本品を乾燥し，その約10mgを精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム試液1mL及び水20mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉の塩素の定量操作法により試験を行う．

貯法　容器　気密容器．

1 トリクロホスナトリウムシロップ

2 Triclofos Sodium Syrup

3 リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ

4 　本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応する
5 トリクロホスナトリウム($C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37)を含む．

6 **製法**　本品は「トリクロホスナトリウム」をとり，シロップ剤
7 の製法により製する．

8 **確認試験**

9 （1）　本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」
10 0.25gに対応する量をとり，水40mLを加え，よく振り混ぜ
11 た後，薄めた硫酸(3→50)5mLを加え，3－メチル－1－ブタ
12 ノール25mLで抽出する．3－メチル－1－ブタノール抽出液
13 5mLをとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物に薄めた硫酸(1
14 →2)1mL及び過マンガン酸カリウム溶液(1→20)1mLを加え，
15 水浴中で5分間加熱し，水7mLを加えた後，シュウ酸二水和
16 物溶液(1→20)を液の色が消えるまで加える．この液1mLに
17 ピリジン1mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加え，
18 水浴中で振り混ぜながら1分間加熱するとき，ピリジン層は
19 うすい赤色を呈する．

20 （2）　(1)で得た3－メチル－1－ブタノール抽出液10mLを
21 水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水炭酸ナトリウム1gを加
22 え，10分間加熱する．冷後，残留物を水40mLに溶かし，必
23 要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩
24 化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．残りのろ液は塩化物の
25 定性反応(1)〈*1.09*〉及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

26 pH〈*2.54*〉　6.0～6.5

27 **定量法**　本品の「トリクロホスナトリウム」0.13gに対応する
28 量を精密に量り，水15mL，水酸化ナトリウム試液1mL及び
29 ジエチルエーテル15mLを加えて，1分間振り混ぜた後，水
30 層を分取する．ジエチルエーテル層は水1mLで洗い，洗液
31 は先の水層に合わせる．この液に薄めた硫酸(3→50)2.5mL
32 を加え，3－メチル－1－ブタノール10mLずつで4回抽出す
33 る．全3－メチル－1－ブタノール抽出液を合わせ，3－メチ
34 ル－1－ブタノールを加えて正確に50mLとする．この液
35 10mL及び希水酸化カリウム・エタノール試液10mLを正確
36 に量り，ガラスアンプルに入れ，融封した後混和する．これ
37 を高圧蒸気滅菌器を用いて120℃で2時間加熱する．冷後，
38 内容物をフラスコに移し，薄めた硝酸(63→500)20mLを加
39 える．次に0.02mol/L硝酸銀液25mLを正確に加えた後，よ
40 く振り混ぜ，過量の硝酸銀を0.02mol/Lチオシアン酸アンモ
41 ニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄
42 (Ⅲ)試液2～3滴)．同様の方法で空試験を行う．

43 　0.02mol/L硝酸銀液1mL＝1.676mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

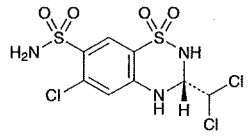
44 **貯法**

45 保存条件　冷所に保存する．

46 容器　気密容器．

トリクロルメチアジド

Trichlormethiazide



及び鏡像異性体

$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66

(3*RS*)-6-Chloro-3-dichloromethyl-3,4-dihydro-2*H*-1,2,4-benzothiadiazine-7-sulfonamide1,1-dioxide

[*133-67-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)97.5～102.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のアセトン溶液(1→50)は旋光性を示さない．

融点：約270℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(3→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，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．比較液は0.01mol/L塩酸1.0mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.036%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gをアセトン30mLに溶かし，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸1.0mLにアセトン30mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以下)．

（3）　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)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.6gをとり，第5法により検液を調製し，試験を行う．ただし，*N,N*－ジメチルホルムアミド20mLを用いる(3.3ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル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．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，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約0.3の4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの量は2.0%以下であり，類縁物質の総量は2.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

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フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めたリン酸(1→1000)混液(3：1)

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に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1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5mLに水5mLを加え，60℃の水浴中で30分間加温する．冷後，この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの相対保持時間は，約0.3であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びトリクロルメチアジド標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液20mLずつを正確に加えて溶かす．この液1mLずつにアセトニトリ

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〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　3－ニトロフェノールのアセトニトリル溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

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フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジドの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

トリクロルメチアジド錠

Trichlormethiazide Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66)を含む．

製法 本品は「トリクロルメチアジド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」4mgに対応する量をとり，アセトン10mLを加え，5分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品4mgをアセトン10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン／メタノール混液(10：4：1)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，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

純度試験 類縁物質 本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」10mgに対応する量をとり，アセトニトリル20mLを加え，15分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．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〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約0.3の4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの量は4.0%以下であり，トリクロルメチアジド以外のピークの合計量は5.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

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フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めたリン酸(1→1000)混液(3：1)

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：「トリクロルメチアジド」25mgをアセトニトリル50mLに溶かす．この液1mLを量り，アセトニトリルを加えて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1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5mLに水5mLを加え，60℃の水浴中で30分間加温する．冷後，この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの相対保持時間は，約0.3であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，崩壊させる．トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)2mg当たり内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて25mLとし，15分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，1mL中にトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)約40μgを含む液となるように移動相を加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，アセトニトリル10mL及び薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C \times 1/20$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の表示量(mg)

内標準溶液 3－ニトロフェノールのアセトニトリル溶液(1→5000)

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液VmLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)約1.1μgを含む液となるように薄めたリン

酸(1→50)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約22mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に200mLとする．この液2mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→50)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40μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトリクロルメチアジドのピーク面積A_{Ta}及びA_{Sa}並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約0.3のピーク面積A_{Tb}を測定する．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times (A_{Ta} + 0.95A_{Tb}) / A_{Sa} \times V'/V \times 1/C \times 9/2$$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のトリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：「トリクロルメチアジド」25mgをアセトニトリル50mLに溶かす．この液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとする．この液5mLに水5mLを加え，60℃の水浴中で30分間加温する．冷後，この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する4－アミノ－6－クロロベンゼン－1,3－ジスルホンアミドの相対保持時間は，約0.3であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：標準溶液40μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)約2mgに対応する量を精密に量り，薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，内標準溶液10mLを正確に加え，アセトニトリル10mLを加え，15分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2mLをとり，移動相2mLを加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を105℃で3時間乾燥し，その約40mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，アセトニトリル10mL及び薄めたリン酸(1→50)5mLを加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリクロルメチアジド($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T/Q_S \times 1/20$$

M_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　3－ニトロフェノールのアセトニトリル溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

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フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(3：1)

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジドの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

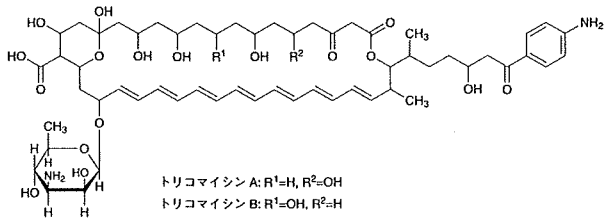
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トリコマイシン

Trichomycin

ハチマイシン



トリコマイシンA

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,9,11,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*12698-99-6*]

トリコマイシンB

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,7,9,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*12699-00-2*]

[*1394-02-1*, トリコマイシン]

本品は，*Streptomyces hachijoensis*の培養によって得られる抗真菌活性及び抗原虫活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり7000単位以上を含む．ただし，本品の力価は，トリコマイシンとしての量を単位で示し，その1単位はトリコマイシン0.05μgに対応する．

性状　本品は黄色～黄褐色の粉末である．

本品は水，エタノール(99.5)又はテトラヒドロフランにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は青色を呈し，放置するとき，液は青紫色に変わる．

（2）　本品1mgを水酸化ナトリウム溶液(1→200)50mL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するとき，波長359～365nm，378～384nm及び400～406nmに吸収の極大を示す．

成分含量比　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品10mgを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)50mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，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トリコマイシンA及びトリコマイシンBのピーク面積を測定するとき，それぞれ20～40%及び15～25%である．ただし，トリコマイシンAに対するトリコマイシンBの相対保持時間は約1.2である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム1.7gを水600mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル400mLに溶かす．

流量：トリコマイシンAの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：トリコマイシンAの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)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，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)を加えて正確に30mLとする．この液5μLから得たトリコマイシンAのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリコマイシンAのピーク面積の12～22%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリコマイシンA，トリコマイシンBの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリコマイシンAのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びトリコマイシン標準品約150000単位に対応する量を精密に量り，それぞれを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)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，それぞれの液のトリコマイシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トリコマイシンの量(単位)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：トリコマイシン標準品の秤取量(単位)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：360nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム15gを水120mLに溶かし，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル1000mL及び

メタノール700mLを加える．

流量：トリコマイシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5mg及び塩化ベルベリン1mgを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン／水混液(3：1)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，トリコマイシンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

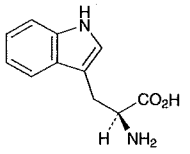
貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

Lートリプトファン

L-Tryptophan



$C_{11}H_{12}N_2O_2$：204.23

(2*S*)-2-Amino-3-(indol-3-yl)propanoic acid

[*73-22-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lートリプトファン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

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数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－30.0～－33.0°　本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，水20mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に25mLとし，層長100mmで測定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは5.4～6.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを2mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gを希硝酸6mL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0.30mLを加える(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6gを水40mL及び希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)．

（4）　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)．

（5）　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)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gに1mol/L塩酸試液3mL及び水2mLを加え，加熱して溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（7）　類縁物質　本品0.30gを1mol/L塩酸試液1mLに溶かし，水を加えて50mLとし，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とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mL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℃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℃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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，105℃，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0.2gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mL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＝20.42mg $C_{11}H_{12}N_2O_2$

貯法

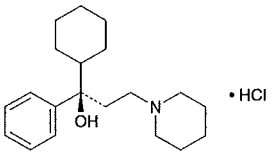
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩

Trihexyphenidyl Hydrochloride

塩酸トリヘキシフェニジル



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$: 337.93

(1*RS*)-1-Cyclohexyl-1-phenyl-3-(piperidin-1-yl)propan-1-ol monohydrochloride

[*52-49-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

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．

本品はエタノール(95)にやや溶けやすく，酢酸(100)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸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．

融点：約250℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1gに水100mLを加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液5mLに2,4,6－トリニトロフェノールのクロロホルム溶液(1→50)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2）　(1)の試料溶液20mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，少量の水で洗い，メタノールから再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は113～117℃である．

（3）　(1)の試料溶液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは5.0～6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水100mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.5gに水60mLを加え，80℃の水浴中で加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液40mLに希酢酸2mL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)．

（3）　ピペリジルプロピオフェノン　本品0.10gをとり，水40mL及び1mol/L塩酸試液1mLを加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．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247nmにおける吸光度は0.50以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，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，無水酢酸／酢酸(100)混液(1：1)50mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1mL

＝33.79mg $C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩錠

Trihexyphenidyl Hydrochloride Tablets

塩酸トリヘキシフェニジル錠

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$：337.93)を含む．

製法　本品は「トリヘキシフェニジル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.1gに対応する量をとり，クロロホルム30mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に水10mLを加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液5mLにつき，「トリヘキシフェニジル塩酸塩」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.01gに対応する量をとり，クロロホルム5mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品0.02gをクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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／メタノール混液(9：1)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3）　(1)の試料溶液は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，希塩酸2mL及び水60mLを加え，10分間激しく振り混ぜて崩壊させた後，水浴上で時々振り混ぜながら，10分間加温する．冷後，メタノール2mLを加えた後，1mL中にトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)約20μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，必要ならば遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品(別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約20mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，希塩酸2mL及び水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液10mL及びクロロホルム15mLを正確に加え，密栓してよく振り混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層10mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長408nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 1000$

M_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液30mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1 mL中にトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)約2.2μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液20mLずつを正確に量り，それぞれに薄めた酢酸(31)(1→10)1mLを正確に加え，直ちにブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液5mLを加えて振り混ぜる．次にジクロロメタン10mLを正確に加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，水層を除き，ジクロロメタン層をとる．これらの液につき，ジクロロメタンを対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長415nmにおける吸光度A_T，A_S及びA_Bを測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_T - A_B) / (A_S - A_B) \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のトリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)約5mgに対応する量を精密に量り，希塩酸2mL及び水60mLを加え，水浴上で時々振り混ぜながら10分間加温して溶かす．冷後，メタノール2mL及び水を加えて正確に100mLとし，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品(別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく)約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，希塩酸2mL及び水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液10mL及びクロロホルム15mLを正確に加え，密栓してよく振り混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層10mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に50mLとする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長408nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$

M_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準

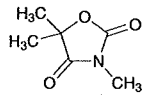
2　トリヘキシフェニジル塩酸塩錠

104　　品の秤取量(mg)

105　**貯法**　容器　気密容器.

トリメタジオン

Trimethadione



$C_6H_9NO_3$：143.14

3,5,5-Trimethyl-1,3-oxazolidine-2,4-dione

[*127-48-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，カンフルようのにおいがある．

本品はエタノール(95)又はクロロホルムに極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50)5mLに水酸化バリウム試液2mLを加えるとき，直ちに沈殿を生じる．

（2）　本品のクロロホルム溶液(1→50)を試料溶液とし，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により層長0.1mmの塩化ナトリウム製固定セルを用いて試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　45～47℃

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品2.0g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(10ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，シリカゲル，6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0.4gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，エタノール(95)5mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え，密栓して，時々振り混ぜながら15分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クレゾールレッド試液4滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝14.31mg $C_6H_9NO_3$

貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

1 トリメタジオン錠

2 Trimethadione Tablets

3　　本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応する
4　トリメタジオン($C_6H_9NO_3$：143.14)を含む．

5 **製法**　本品は「トリメタジオン」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「トリメタジオン」
9　1gに対応する量をとり，石油ベンジン10mLを加え，15分間
10　しばしば振り混ぜた後，傾斜して石油ベンジンを除き，更に
11　石油ベンジン10mLを加えて同じ操作を繰り返す．残留物に
12　ジエチルエーテル25mLを加えて20分間時々振り混ぜた後，
13　ろ過し，室温でろ液を蒸発し，残留物をデシケーター(シリ
14　カゲル)で6時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は44～47℃
15　である．また，このものにつき，「トリメタジオン」の確認
16　試験(1)を準用する．

17　（2）　(1)の残留物を乾燥させたもののクロロホルム溶液(1
18　→50)を調製する．この液につき，赤外吸収スペクトル測定
19　法〈2.25〉の溶液法により，層長0.1mmの塩化ナトリウム製
20　固定セルを用いて測定するとき，波数2960cm^{-1}，1814cm^{-1}，
21　1735cm^{-1}，1445cm^{-1}，1394cm^{-1}，1290cm^{-1}，1100cm^{-1}及び
22　1055cm^{-1}付近に吸収を認める．

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．トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)約1gに対応する量を精密
25　に量り，エタノール(95)50mLを加え，還流冷却器を付け，
26　15分間穏やかに煮沸し，温時ガラスろ過器(G4)を用いて
27　100mLのメスフラスコにろ過する．残留物は温エタノール
28　(95)10mLずつで3回洗い，洗液はメスフラスコに合わせ，
29　冷後，エタノール(95)を加えて正確に100mLとする．この
30　液25mLを正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水25mL
31　及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液30mLを正確に加え，密栓
32　して，時々振り混ぜて15分間放置した後，過量の水酸化ナ
33　トリウムを0.1mol/L塩酸で滴定〈2.50〉する(指示薬：クレゾ
34　ールレッド試液4滴)．同様の方法で空試験を行う．

35　0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝14.31mg $C_6H_9NO_3$

36 **貯法**

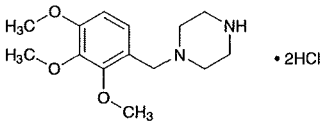
37　保存条件　30℃以下で保存する．

38　容器　気密容器．

トリメタジジン塩酸塩

Trimetazidine Hydrochloride

塩酸トリメタジジン



$C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$：339.26

1-(2,3,4-Trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride

[*13171-25-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは2.3～3.3である．

融点：約227℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→6250)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品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)．

（2）　類縁物質　本品0.2gを水50mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液2mL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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトリメタジジン以外のピークの面積は，標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のトリメタジジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.87gを水に溶かし1000mLとした液に，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整した液／メタノール混液(3：2)

移動相B：メタノール

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 50	95 → 75	5 → 25

流量：トリメタジジンの保持時間が約25分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメタジジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たトリメタジジンのピーク面積が，標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の18～32%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ15000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.12gを精密に量り，ギ酸5mLに溶かし，0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え，90～100℃で30分間加熱する．冷後，酢酸(100)45mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.96mg $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$

貯法　容器　気密容器．

トリメタジジン塩酸塩錠

Trimetazidine Hydrochloride Tablets

塩酸トリメタジジン錠

本品は定量するとき，表示量の94.0～106.0%に対応するトリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26)を含む．

製法　本品は「トリメタジジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジジン塩酸塩」10mgに対応する量をとり，エタノール(95)／水混液(3：1)10mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，水浴上で溶媒を留去し，残留物に水2mLを加えて振り混ぜる．この液1mLに*p*－ベンゾキノン試液1mLを加え，2～3分間穏やかに煮沸し，冷却するとき，液は赤色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)15mLを加え崩壊させた後，10分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液を遠心分離した後，トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)約0.75mgに対応する上澄液VmLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン(別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の量(mg)

$$= M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2V}$$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(7→40000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液VmLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)約3.3μgを含む液となるように水を加えて正確にV'mLとする．この液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液3mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン(別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約17mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，水を加えて正確に25mLとする．この液3mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液3mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50μL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，それぞれの液のトリメタジジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量(mg)

C：1錠中のトリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)約3mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)15mLを加え，10分間超音波処理し，更に10分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン(別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約30mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)に溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トリメタジジン塩酸塩($C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl)の量(mg)

$$= M_S \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

M_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の0.1mol/L塩酸試液／エタノール(99.5)混液(1：1)溶液(7→40000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

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．

103　　カラム温度：40℃付近の一定温度
104　　移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液
105　　／メタノール混液(17：3)
106　　流量：トリメタジジンの保持時間が約7分になるように
107　　調整する．
108　システム適合性
109　　システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で
110　　操作するとき，トリメタジジン，内標準物質の順に溶
111　　出し，その分離度は3以上である．
112　　システムの再現性：標準溶液10μL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　　に対するトリメタジジンのピーク面積の比の相対標準
115　　偏差は1.0%以下である．
116　**貯法**　容器　気密容器．

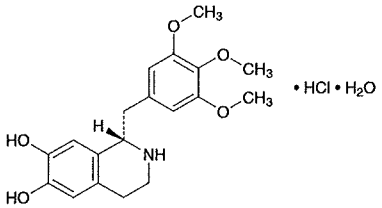
トリメトキノール塩酸塩水和物

Trimetoquinol Hydrochloride Hydrate

塩酸トリメトキノール

塩酸トレトキノール

トリメトキノール塩酸塩



$C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$：399.87

(1*S*)-1-(3,4,5-Trimethoxybenzyl)-1,2,3,4-tetrahydroisoquinoline-6,7-diol monohydrochloride monohydrate

[*18559-59-6*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメトキノール塩酸塩($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$：381.85)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

融点：約151℃(分解，ただし105℃で4時間減圧乾燥後)．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16～－19°(脱水物に換算したもの0.25g，水，加温，冷後，25mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉　本品1.0gを水100mLに加温して溶かし，冷却した液のpHは4.5～5.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品50mgを移動相50mL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，試料溶液のトリメトキノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のトリメトキノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2g及び1－ペンタンスルホン酸ナトリウム2gを水1000mLに溶かす．この液にリン酸を加えてpH2.8～3.2に調整した後，孔径0.4μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．ろ液800mLにアセトニトリル200mLを加える．

流量：トリメトキノールの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメトキノールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液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から得たトリメトキノールのピーク面積が，標準溶液のトリメトキノールのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：本品5mg及び塩酸プロカイン1mgを移動相50mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，トリメトキノールの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメトキノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.5～5.5%(0.3g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.5gを精密に量り，0.1mol/L塩酸2mL及びエタノール(99.5)70mLを加え，よくかき混ぜて溶かし，0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．ただし，第一変曲点と第二変曲点の間の0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める．

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL
＝38.19mg $C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$

貯法

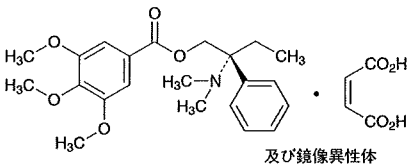
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

トリメブチンマレイン酸塩

Trimebutine Maleate

マレイン酸トリメブチン



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$：503.54

(2*RS*)-2-Dimethylamino-2-phenylbutyl 3,4,5-trimethoxybenzoate monomaleate

[*34140-59-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメブチンマレイン酸塩($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又は酢酸(100)に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/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を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　131～135℃

純度試験

（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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10gを0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)100mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)を加えて正確に250mL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，試料溶液のマレイン酸及びトリメブチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の1／2より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸(17→20000)に酢酸アンモニウム溶液(1→1000)を加えてpH3.0に調整した液650mLに1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1gを加えて溶かす．この液650mLにアセトニトリル350mLを加える．

流量：トリメブチンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からトリメブチンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)を加えて正確に20mLとする．この液20μLから得たトリメブチンのピーク面積が，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の20～30%になることを確認する．

システムの性能：本品40mg及び塩酸イミプラミン20mgを0.01mol/L塩酸試液／アセトニトリル混液(13：7)100mLに溶かす．この液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トリメブチン，イミプラミンの順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリメブチンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，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0.8gを精密に量り，酢酸(100)70mL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3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青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行い，補正する．

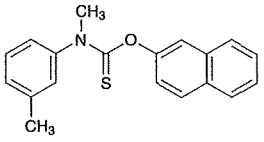
0.1mol/L過塩素酸1mL＝50.35mg $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$

貯法　容器　密閉容器．

トルナフタート

Tolnaftate

トルナフテート



$C_{19}H_{17}NOS$：307.41

O-Naphthalen-2-yl *N*-methyl-*N*-(3-methylphenyl)thiocarbamate

[*2398-96-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.2gに水酸化カリウム・エタノール試液20mL及び水5mLを加え，還流冷却器を付け，3時間加熱する．冷後，その10mLをとり，これに酢酸(100)2mLを加えた後，酢酸鉛(II)試液1mLを加えて振り混ぜるとき，黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトルナフタ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比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトルナフタート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉　111～114℃(乾燥後)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸5mL及び硫酸1mLを加え，白煙が生じるまで加熱する．冷後，更に硝酸2mLを加え，白煙が生じるまで加熱する．冷後，硝酸2mL及び過塩素酸0.5mLを加え，徐々に加熱し，白煙を生じさせる操作を2回行った後，白煙が生じなくなるまで加熱する．これを500～600℃で1時間強熱し，灰化する．以下第2法により操作し，50mLの検液とし，試験を行う．比較液は硝酸11mL，硫酸1mL，過塩素酸1mL及び塩酸2mLを加えて検液と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.50gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に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．次にトルエンを展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に5分間放置した後，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧・0.67kPa以下，65℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　本品約2gを精密に量り，徐々に加熱して炭化させる．次に硫酸1mLで潤し，白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し，更に450～550℃で約2時間強熱して恒量とするとき，残分は0.1%以下である．

定量法　本品及びトルナフタート標準品を乾燥し，その約50mgずつを精密に量り，それぞれにメタノール200mLを加え，水浴中で加温して溶かし，冷後，メタノールを加えて正確に250mLとする．これらの液5mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に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につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長257nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

$$トルナフタート(C_{19}H_{17}NOS)の量(mg) = M_S \times A_T / A_S$$

M_S：トルナフタート標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

トルナフタート液

Tolnaftate Solution

トルナフテート液

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するトルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$：307.41)を含む．

製法　本品は「トルナフタート」をとり，液剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品1滴をろ紙にスポットする．これにヘキサクロロ白金(IV)酸・ヨウ化カリウム試液を噴霧するとき，スポットは淡黄色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「トルナフタート」0.02gに対応する容量をとり，クロロホルムを加えて10mLとし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品0.02gをクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液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．次にトルエンを展開溶媒として約12cm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，試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

定量法　本品のトルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)約20mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更にクロロホルムを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品を65℃で3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約0.4gを精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更にクロロホルムを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトルナフタートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トルナフタート($C_{19}H_{17}NOS$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/20$

M_S：トルナフタート標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジフェニルのクロロホルム溶液(3→200)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm，長さ15～30cmのステンレス管に5～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(7：3)

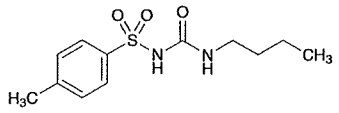
流量：トルナフタートの保持時間が約14分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トルナフタートの順に溶出し，その分離度が5以上のものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

1 トルブタミド

2 Tolbutamide

3 

4 $C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35

5 *N*-(Butylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide

6 [*64-77-7*]

7　　本品を乾燥したものは定量するとき，トルブタミド
8 ($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)99.0%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，においはないか，
10 又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

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

13 **確認試験**

14　（1）　本品0.2gに薄めた硫酸(1→3)8mLを加え，還流冷却装
15 置を付け，30分間煮沸する．この液を氷水中で冷却し，析
16 出した結晶をろ取し，水から再結晶し，105℃で3時間乾燥
17 するとき，その融点〈*2.60*〉は135～139℃である．

18　（2）　(1)のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→5)約20mLを加
19 えてアルカリ性とし，加熱するとき，アンモニアようのにお
20 いを発する．

21 **融点**〈*2.60*〉　126～132℃

22 **純度試験**

23　（1）　酸　本品3.0gに水150mLを加え，70℃で5分間加温し
24 た後，氷水中で1時間放置し，ろ過する．ろ液25mLにメチ
25 ルレッド試液2滴及び0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL
26 を加えるとき，液は黄色を呈する．

27　（2）　塩化物〈*1.03*〉　(1)のろ液40mLに希硝酸6mL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0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.011%以下)．

30　（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)のろ液40mLに希塩酸1mL及び水
31 を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較
32 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.021%以下)．

33　（4）　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℃，3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，中和エタノ
39 ール30mLに溶かし，水20mLを加え，0.1mol/L水酸化ナト
40 リウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン
41 試液3滴)．

42　　0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝27.04mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

43 **貯法**　容器　密閉容器．

1 トルブタミド錠

2 Tolbutamide 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 トルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35)を含む．
5 **製法** 本品は「トルブタミド」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「トルブタミド」
8 0.5gに対応する量をとり，クロロホルム50mLを加えて振り
9 混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物につき，
10 「トルブタミド」の確認試験を準用する．
11 **製剤均一性** 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．
12 **溶出性** 〈6.10〉 試験液にpH7.4のリン酸塩緩衝液900mLを用
13 い，パドル法により毎分100回転で試験を行うとき，本品の
14 30分間の溶出率は80%以上である．
15 本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液
16 20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルター
17 でろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正
18 確に量り，表示量に従い1mL中にトルブタミド
19 ($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確
20 にV' mLとし，試料溶液とする．別にトルブタミド標準品
21 を105℃で3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノ
22 ール10mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100mLとす
23 る．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLと
24 し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対
25 照とし，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い，
26 波長226nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

27 トルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
28 $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

29 M_S：トルブタミド標準品の秤取量(mg)
30 C：1錠中のトルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)の表示量(mg)

31 **定量法** 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末
32 とする．トルブタミド($C_{12}H_{18}N_2O_3S$)約0.5gに対応する量を
33 精密に量り，中和エタノール50mLに溶かし，水25mLを加
34 え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 〈2.50〉 する(指示
35 薬：フェノールフタレイン試液3滴)．

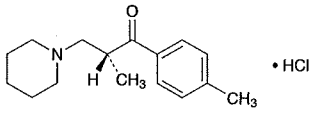
36 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝27.04mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

37 **貯法** 容器 密閉容器．

トルペリゾン塩酸塩

Tolperisone Hydrochloride

塩酸トルペリゾン



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$: 281.82

(2*RS*)-2-Methyl-1-(4-methylphenyl)-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride

[*3644-61-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルペリゾン塩酸塩($C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

本品は吸湿性である．

融点：167～174℃

確認試験

（1）　本品0.2gをエタノール(95)2mLに溶かし，1,3－ジニトロベンゼン試液2mL及び水酸化ナトリウム試液2mLを加えて加熱するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→20)5mLにヨウ素試液2～3滴を加えるとき，赤褐色の沈殿を生じる．

（3）　本品0.5gを水5mLに溶かし，アンモニア試液2mLを加えた後，ろ過する．ろ液5mLをとり，希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(257nm)：555～585(乾燥後，5mg，エタノール(95)，500mL)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品4.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.005%以下)．

（3）　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)．

（4）　塩酸ピペリジン　本品0.20gをとり，水に溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン20mgをとり，水に溶かし，正確に1000mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5.0mLずつを別々の分液漏斗にとり，それぞれに硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→20)0.1mLを加え，次にアンモニア水(28)0.1mLを加え，更にイソオクタン／二硫化炭素混液(3：1)10mLを正確に加えた後，30分間激しく振り混ぜる．静置後，直ちにイソオクタン／二硫化炭素混液層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水する．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長438nmにおける試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，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，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)70mL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．

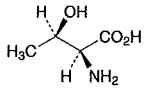
0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.18mg $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

Lートレオニン

L-Threonine

Lースレオニン



$C_4H_9NO_3$：119.12

(2*S*,3*R*)-2-Amino-3-hydroxybutanoic acid

[*72-19-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lートレオニン($C_4H_9NO_3$)98.5%以上を含む．

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，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

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数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−26.0〜−29.0°(乾燥後，1.5g，水，25mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは5.2〜6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3）　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)．

（4）　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)．

（5）　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)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2ppm以下)．

（7）　類縁物質　本品0.30gを水50mL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とする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に20mL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スポットする．次に1ーブタノール／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℃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℃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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，105℃，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0.12gを精密に量り，ギ酸3mLに溶かし，酢酸(100)50mL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．

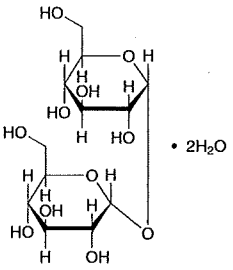
0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.91mg $C_4H_9NO_3$

貯法　容器　気密容器．

トレハロース水和物

Trehalose Hydrate

トレハロース



$C_{12}H_{22}O_{11}・2H_2O$：378.33

α-D-Glucopyranosyl α-D-glucopyranoside dihydrate

[*6138-23-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トレハロース($C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(2→5)1mLをとり，1－ナフトールのエタノール(95)溶液(1→20)5～6滴を加え，よく振り混ぜる．これに，硫酸2mLを穏やかに加えるとき，境界面は，紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→25)2mLをとり，希塩酸1mLを加え，室温で20分間放置する．この液に，水酸化ナトリウム試液4mL及びグリシン溶液(1→25)2mLを加え，水浴中で10分間加熱するとき，液は褐色を呈さない．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋197～＋201°(脱水物に換算したもの10g，水，100mL，100mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1gを水10mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品5.0g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2.5mLを加える(5ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.5g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*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトレハロースより前に溶出する物質のピークの合計面積及び試料溶液のトレハロースより後に溶出する物質のピークの合計面積は，いずれも標準溶液のトレハロースのピーク面積の1／2より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：トレハロースの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液1mLを正確にとり，水を加えて正確に10mLとする．この液20μLから得たトレハロースのピーク面積が，標準溶液のトレハロースのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液5mLに水を加えて10mLとする．この液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トレハロースのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

（5）　デキストリン，溶性デンプン及び亜硫酸塩　本品1.0gを水10mLに溶かし，ヨウ素試液1滴を加えるとき，液は黄色を呈し，更にデンプン試液1滴を加えるとき，液は青色を呈する．

（6）　窒素　本品約5gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素(N：14.01)の量は，0.005%以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は30mLとし，加える水酸化ナトリウム溶液(2→5)の量は45mLとする．

水分〈*2.48*〉　9.0～11.0%(0.1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2g)．

定量法　本品及びトレハロース標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約0.2gを精密に量り，それぞれを水6mLに溶かし，内標準溶液2mLずつを正確に加えた後，水を加えて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20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトレハロースのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トレハロース($C_{12}H_{22}O_{11}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したトレハロース標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　グリセリン溶液(1→10)

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径8mm，長さ30cmのステンレス管に6μmのスチレン－ジビニルベンゼン共重合体にスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：80℃付近の一定温度

移動相：水

流量：トレハロースの保持時間が約15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：マルトトリオース及びブドウ糖0.1gずつを標準溶液10mLに溶かし，内標準溶液1mL及び水を加えて20mLとする．この液20μLにつき，上記の

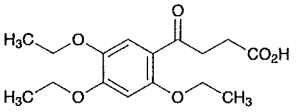
条件で操作するとき，マルトトリオース，トレハロース，ブドウ糖，内標準物質の順に溶出し，マルトトリオースとトレハロースの分離度は1.5以上，トレハロースとブドウ糖の分離度は4以上，ブドウ糖と内標準物質の分離度は3以上である．

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，内標準物質のピーク面積に対するトレハロースのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トレピブトン

Trepibutone



$C_{16}H_{22}O_6$：310.34

4-Oxo-4-(2,4,5-triethoxyphenyl)butanoic acid

[*41826-92-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はないか，又はわずかに特異なあと味がある．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→10)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.5ppm付近に鋭い多重線のシグナルAを，δ 2.7ppm付近に三重線のシグナルBを，δ 3.3ppm付近に三重線のシグナルCを，δ 4.2ppm付近に多重線のシグナルDを，δ 6.4ppm付近に鋭い単一線のシグナルEを，δ 7.4ppm付近に鋭い単一線のシグナルFを，また，δ 10.5ppm付近に単一線のシグナルGを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：D：E：F：Gはほぼ9：2：2：6：1：1：1である．

融点〈*2.60*〉　146～150℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5gをアセトン30mLに溶かし，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．比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以下)．

（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)．

（3）　類縁物質　本品0.10gをアセトン10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100mLとする．この液10mL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．次にイソプロピルエーテル／アセトン／水／ギ酸混液(100：30：3：3)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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，エタノール(95)50mLに溶かし，水50mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝31.03mg $C_{16}H_{22}O_6$

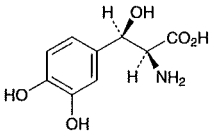
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ドロキシドパ

Droxidopa



$C_9H_{11}NO_5$：213.19

(2*S*,3*R*)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-3-hydroxypropanoic acid

[*23651-95-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－38～－43°(乾燥後，0.1g，0.1mol/L塩酸試液，20mL，100mm)．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.40gを希硝酸6mL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0.40mLを加える(0.036%以下)．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.10gに0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，氷冷しながらかき混ぜて溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mL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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドロキシドパ以外のピークの面積は，標準溶液のドロキシドパのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0g及びリン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.0に調整する．この液930mLにアセトニトリル70mLを加える．

流量：ドロキシドパの保持時間が約5分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドロキシドパの保持時間の約12倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドロキシドパのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドロキシドパのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，0.1mol/L過塩素酸20mLを正確に加えて溶かした後，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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.32mg $C_9H_{11}NO_5$

貯法　容器　密閉容器．

ドロキシドパカプセル

Droxidopa Capsules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$：213.19)を含む．

製法　本品は「ドロキシドパ」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，水50mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドロキシドパ」20mgに対応する量をとり，薄めた酢酸(100)(1→500)20mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に淡褐色に変わる．

（3）　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，0.1mol/L塩酸試液100mLを加え，よく振り混ぜた後，1mL中にドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約0.5mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約56μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)
C：1カプセル中のドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，均一に混和する．ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

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

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

ドロキシドパ細粒

Droxidopa Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$：213.19)を含む．

製法　本品は「ドロキシドパ」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，水50mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え，水浴上で3分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「ドロキシドパ」20mgに対応する量をとり，薄めた酢酸(100)(1→500)20mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLに水4mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に淡褐色に変わる．

（3）　本品を粉末とし，表示量に従い「ドロキシドパ」50mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて25mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長278～282nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本品の表示量に従いドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約0.1gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mLを正確に量り，水5mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約28mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品20g以上をとり，粉末とする．ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)約50mgに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液50mLを加え，よく振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし，ろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ドロキシドパを60℃で3時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

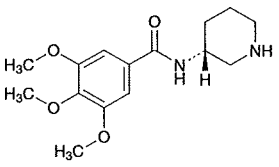
ドロキシドパ($C_9H_{11}NO_5$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ドロキシドパの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

トロキシピド

Troxipide



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35

3,4,5-Trimethoxy-*N*-[(3*RS*)-piperidin-3-yl]benzamide

[*30751-05-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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

本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の1mol/L塩酸試液溶液(1→5)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトロキシピド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　177～181℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0gをメタノール30mLに溶かし，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．比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLにメタノール30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.009%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0gをとり，硫酸1mLで潤し，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，以下第2法により操作し，試験を行う．比較液は硫酸1mL，硝酸2mL及び塩酸2mLを水浴上で蒸発し，更に砂浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，以下検液の調製と同様に操作し，鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.20gをメタノール10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mL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2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20mL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(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／酢酸エチル／水／ヘキサン／アンモニア水(28)混液(20：20：5：5：1)を展開溶媒として約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3個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2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0.6gを精密に量り，酢酸(100)40mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝29.44mg $C_{15}H_{22}N_2O_4$

貯法　容器　気密容器．

トロキシピド細粒

Troxipide Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35)を含む．

製法　本品は「トロキシピド」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「トロキシピド」20mgに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液100mLを加えてかき混ぜた後，ろ過する．ろ液4mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて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するとき，波長256～260nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，0.1mol/L塩酸試液80mLを加えて10分間かき混ぜた後，1mL中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は85%以上である．

本品の表示量に従いトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約0.1gに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(g)
C：1g中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量(mg)

粒度〈6.03〉　試験を行うとき，細粒剤の規定に適合する．

定量法　本品のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約0.5gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液200mLを加えて10分間かき混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に250mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に10mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

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

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)にジエチルアミンを加えてpH3.0に調整する．この液1500mLにメタノール100mL及びテトラヒドロフラン50mLを加える．

流量：トロキシピドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トロキシピド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トロキシピド錠

Troxipide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35)を含む．

製法　本品は「トロキシピド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トロキシピド」0.1gに対応する量をとり，0.1mol/L塩酸試液250mLを加え，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液4mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長256～260nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1mol/L塩酸試液90mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，更に10分間振り混ぜ，1mL中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 25$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約22μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約20mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，水を加えて正確に20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長258nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量(mg)

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)約1gに対応する量を精密に量り，0.1mol/L塩酸試液150mLを加え，30分間振り混ぜた後，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に250mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加え，更に水を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に25mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，水を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 40$

M_S：トロキシピド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンの0.1mol/L塩酸試液溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

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

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)1500mLにジエチルアミンを加えてpH3.0に調整した液1500mLに，メタノール100mL及びテトラヒドロフラン50mLを加える．

流量：トロキシピドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

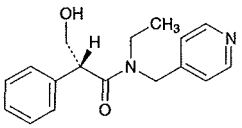
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，トロキシピド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

トロピカミド

Tropicamide



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}N_2O_2$：284.35

(2*RS*)-*N*-Ethyl-3-hydroxy-2-phenyl-*N*-(pyridin-4-ylmethyl)propanamide

[*1508-75-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トロピカミド($C_{17}H_{20}N_2O_2$)98.5%以上を含む．

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．

本品はエタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくく，石油エーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品1.0gを水500mLに溶かした液のpHは6.5～8.0である．

確認試験

（1）　本品5mgにバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液(1→200)0.5mLを加え加熱するとき，青紫色を呈する．

（2）　本品5mgをエタノール(95)1mL及び水1mLに溶かし，1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.1gを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液(1→10)2～3滴及びエタノール(95)3mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

吸光度 〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$(255nm)：166～180(乾燥後，5mg，2mol/L塩酸試液，200mL)．

融点 〈*2.60*〉　96～99℃

純度試験

（1）　塩化物 〈*1.03*〉　本品1.0gをエタノール(95)30mLに溶かし，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．比較液は0.01mol/L塩酸0.45mLにエタノール(95)30mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.016%以下)．

（2）　重金属 〈*1.07*〉　本品1.0gをエタノール(95)30mLに溶かし，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLにエタノール(95)30mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)．

（3）　*N*－エチル－γ－ピコリルアミン　本品0.10gに水5mLを加え，加熱して溶かし，アセトアルデヒド溶液(1→20)1mLを加えてよく振り混ぜ，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1～2滴及び炭酸水素ナトリウム試液1～2滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈しない．

（4）　トロパ酸　本品10mgに四ホウ酸ナトリウム十水和物5mg及び4－ジメチルアミノベンズアルデヒド試液7滴を加え，水浴中で3分間加熱し，氷水中で冷却した後，無水酢酸5mLを加えるとき，液は赤紫色を呈しない．

乾燥減量 〈*2.41*〉　0.30%以下(1g，減圧，シリカゲル，24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，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3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.44mg $C_{17}H_{20}N_2O_2$

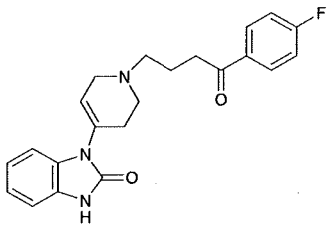
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ドロペリドール

Droperidol



$C_{22}H_{22}FN_3O_2$：379.43

1-{1-[4-(4-Fluorophenyl)-4-oxobutyl]-1,2,3,6-tetrahydropyridin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one

[*548-73-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドロペリドール($C_{22}H_{22}FN_3O_2$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品30mgを褐色のメスフラスコにとり，0.1mol/L塩酸試液10mL及びエタノール(95)に溶かし，100mLとする．この液5mLを褐色のメスフラスコにとり，0.1mol/L塩酸試液10mL及びエタノール(95)を加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，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．もし，これらのスペクトルに差を認めるときには，本品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物をデシケーター(減圧，シリカゲル，70℃)で4時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gを白金るつぼにとり，第2法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品50mgをジクロロメタン5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に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．次に酢酸エチル／クロロホルム／メタノール／pH4.7の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(54：23：18：5)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(0.5g，減圧，シリカゲル，70℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g，白金るつぼ)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5g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(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＝37.94mg $C_{22}H_{22}FN_3O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

トロンビン

Thrombin

本品はヒト又はウシの血液から製したプロトロンビンに，カルシウムイオンの存在で，トロンボプラスチンを作用させて製し，滅菌して凍結乾燥したものである．

本品は定量するとき，表示されたトロンビン単位の80～150%を含む．

本品1mgは10単位以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の無晶形の物質である．

本品500単位当たりの量を生理食塩液1.0mLに溶かすとき，1分間以内に澄明又はわずかに混濁して溶ける．

乾燥減量 〈*2.41*〉　3%以下(50mg，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

無菌 〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．

定量法

(i) フィブリノーゲン溶液　フィブリノーゲン約30mgを精密に量り，生理食塩液3mLに溶かし，トロンビン約3単位を加えて，時々振り混ぜながら十分に凝固させ，析出した凝固物質を分取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水でよく洗い，105℃で3時間乾燥し，質量を量り，凝固物質のパーセント(%)を計算する．ここに得たパーセント(%)から別にフィブリノーゲンを凝固物質の量が0.20%になるように生理食塩液に溶かし，0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液(必要ならば，0.5mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を用いる)でpHを7.0～7.4に調整した後，0.10%となるように生理食塩液を加える．

(ii) 操作法　トロンビン標準品を生理食塩液に溶かし，この液1mL中に4.0，5.0，6.2及び7.5単位を含む4種の標準溶液を製する．あらかじめ20～30℃の間の任意の温度で±1℃に保った標準溶液0.10mLを内径10mm，長さ100mmの小試験管に正確に量り，これにあらかじめ同じ温度に保ったフィブリノーゲン溶液0.90mLをピペットを用いて吹き込み，同時に秒時計を動かし，穏やかに振り混ぜながら，最初にフィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する．4種の標準溶液につき，それぞれ5回ずつ測定を行い平均値を求める．ただし，5回の測定で，最大と最小との差が平均値の10%以上のときは，実験をやり直す．標準溶液の濃度は，凝固時間が14～60秒の範囲内で適当に変えてよい．測定は前記と同じ温度で行う．次に本品1容器中の全内容物の質量を精密に量り，これを生理食塩液に溶かし，1mLにつき，約5単位を含む液を製し，その0.10mLを用いて前記の操作を5回行い，凝固時間を測定し，平均値を求める．両対数グラフの横軸に単位を，縦軸に凝固時間をとり，4種の標準溶液による凝固時間の平均値をグラフ上にとり，検量線を作成する．この検量線を用いて試料溶液の凝固時間の平均値から単位数Uを読みとる．

本品1容器中の単位数$=U\times 10\times V$

V: 本品1容器中の内容物を溶かしたmL数

別に内容物1mg当たりの単位数を算出する．

貯法

保存条件　10℃以下で保存する．

容器　密封容器．

有効期限　製造後36箇月．

豚脂

Lard

ADEPS SUILLUS

本品はブタ *Sus scrofa* Linné var. *domesticus* Gray (*Suidae*)の脂肪である．

性状 本品は白色の柔らかいなめらかな塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

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，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．

融点：36～42℃

脂肪酸の凝固点：36～42℃

酸価 〈*1.13*〉 2.0以下．

けん化価 〈*1.13*〉 195～203

ヨウ素価 〈*1.13*〉 46～70

純度試験

（1） 水分及び着色度 本品5gを水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水分を分離析出しない．また，この液を10mmの層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2） アルカリ 本品2.0gに水10mLを加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．

（3） 塩化物 本品1.5gにエタノール(95)30mLを加え，還流冷却器を付け，10分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液20mLに硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01mol/L塩酸1.0mLにエタノール(95)を加えて20mLとし，硝酸銀のエタノール(95)溶液(1→50)5滴を加える．

（4） 牛脂 本品5gをジエチルエーテル20mLに溶かし，脱脂綿でゆるく栓をして20℃で18時間放置し，析出した結晶をとり，エタノール(95)に浸し，200倍で鏡検したとき，ひし形板状の結晶が不規則に集まったものを認めても，柱状又は針状の結晶が扇形に集まったものを認めない．

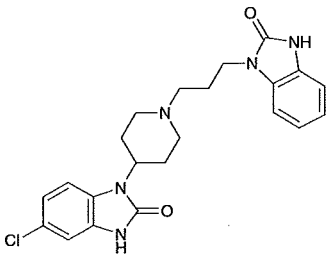
貯法

保存条件 30℃以下で保存する．

容器 密閉容器．

ドンペリドン

Domperidone



$C_{22}H_{24}ClN_5O_2$：425.91

5-Chloro-1-{1-[3-(2-oxo-2,3-dihydro-1*H*-benzoimidazol-1-yl)propyl]piperidin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one

[*57808-66-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドンペリドン($C_{22}H_{24}ClN_5O_2$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末又は粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく，2－プロパノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約243℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の2－プロパノール／0.1mol/L塩酸試液混液(9：1)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　本品30mgをメタノール100mL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．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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドンペリドン以外のピークの面積は，標準溶液のドンペリドンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のドンペリドン以外のピークの合計面積は，標準溶液のドンペリドンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：287nm)

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チルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72gを水に溶かし，1000mLとした液に，リン酸2.31gを水に溶かし，1000mLとした液を加えてpH3.5に調整する．この液500mLにメタノール500mLを加える．

流量：ドンペリドンの保持時間が約9分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドンペリドンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に5mLとする．この液10μLから得られたドンペリドンのピーク面積が，標準溶液のドンペリドンのピーク面積の30～50%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸エチル20mgをメタノール100mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ドンペリドン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ドンペリドンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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，酢酸(100)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝42.59mg $C_{22}H_{24}ClN_5O_2$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ナイスタチン

Nystatin

本品は，*Streptomyces nourseiの*培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1mg当たり4600単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ナイスタチン($C_{47}H_{75}NO_{17}$：926.09)としての量を単位で示し，その1単位はナイスタチン($C_{47}H_{75}NO_{17}$)0.27μgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末である．

本品はホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品1mg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，2分間加熱した後，冷却する．この液に4－アミノアセトフェノンのメタノール溶液(1→200)3mL及び塩酸1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品10mgをとり，薄めたメタノール(4→5)／水酸化ナトリウム試液混液(200：1)50.25mLを加え，50℃以下で加温して溶かし，更に薄めたメタノール(4→5)を加えて500mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナイスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.3g，減圧，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763を用いる．

（ii）　培地　培地(1)の2)を用いる．

（iii）　標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．ナイスタチン標準品を40℃で2時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し，その約60000単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1mL中に3000単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3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300単位及び150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．

（iv）　試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約60000単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1mL中に3000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300単位及び150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．

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

ナタネ油

Rape Seed Oil

OLEUM RAPAE

菜種油

本品はナタネナ*Brassica campestris* Linné subsp. *napus* Hooker filius et Anderson var. *nippo-oleifera* Makino (*Cruciferae*)の種子から得た脂肪油である.

性状 本品は微黄色澄明のやや粘性の油で,においはないか又はわずかににおいがあり,味は緩和である.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール(95)に溶けにくい.

比重 d_{25}^{25}: 0.906～0.920

酸価 〈*1.13*〉 0.2以下.

けん化価 〈*1.13*〉 169～195

不けん化物 〈*1.13*〉 1.5%以下.

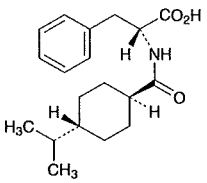
ヨウ素価 〈*1.13*〉 95～127

貯法 容器 気密容器.

5 1078

ナテグリニド

Nateglinide



$C_{19}H_{27}NO_3$：317.42

N-[*trans*-4-(1-Methylethyl)cyclohexanecarbonyl]-D-phenylalanine

[*105816-04-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

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

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→1000)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ナテグリニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナテグリニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これら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再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−36.5～−40.0°(乾燥後，0.2g，希水酸化ナトリウム試液，20mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　本品0.25gをアセトニトリル20mLに溶かす．この液4mLに移動相を加えて25mLとし，試料溶液とする．この液2.5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mL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．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，試料溶液のナテグリニド以外のピークの面積は，標準溶液のナテグリニドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナテグリニドの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナテグリニドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.2以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナテグリニドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1g，105℃，2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0.1gを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を乾燥し，その約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に20mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液550mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450mLを加える．

流量：ナテグリニドの保持時間が約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10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナテグリニドの順に溶出し，その分離度は19以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ナテグリニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

ナテグリニド錠

Nateglinide Tablets

本品は定量するとき，表示量の96.0～104.0%に対応するナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$：317.42)を含む．

製法 本品は「ナテグリニド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ナテグリニド」20mgに対応する量をとり，メタノール20mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長246～250nm，251～255nm，257～261nm及び262～266nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整した液10mLを加え，振り混ぜて崩壊させ，超音波処理により粒子を小さく分散させる．内標準溶液3V/50 mLを正確に加え，アセトニトリル3V/5 mLを加えて10分間振り混ぜ，1mL中にナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)約0.6mgを含む液となるようにアセトニトリルを加えてV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液8mLに移動相を加えて10mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に10mLとする．この液6mLを正確に量り，内標準溶液3mLを正確に加えた後，移動相を加えて25mLとする．この液8mLに移動相を加えて20mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 3V/250$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→250)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナテグリニドの順に溶出し，その分離度は19以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ナテグリニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，30mg錠の45分間及び90mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)約33μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約33mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，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，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〉により試験を行い，それぞれの液のナテグリニドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V'/V \times 1/C \times 90$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナテグリニドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナテグリニドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法 本品20個をとり，0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整した液V/5 mLを加え，振り混ぜて崩壊させ，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，アセトニトリルV/2 mL及び内標準溶液V/10 mLを正確に加え，10分間振り混ぜる．1mL中にナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)約6mgを含む液となるようにアセトニトリルを加えてV mLとする．この液を孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5mLを除き，次のろ液4mLに移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にナテグリニド標準品を105℃で2時間乾燥し，その約60mgを精密に量り，内標準溶液1mLを正確に加えた後，アセトニトリルに溶かし，10mLとする．この液4mLに移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナテグリニドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

本品1個中のナテグリニド($C_{19}H_{27}NO_3$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V/200$

M_S：ナテグリニド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(3→125)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えてpH2.5に調整する．この液550mLにアセトニトリル450mLを加える．

流量：ナテグリニドの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

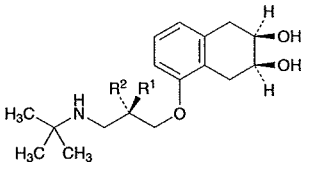
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナテグリニドの順に溶出し，その分離度は19以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ナテグリニドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ナドロール

Nadolol



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{27}NO_4$：309.40

R^1＝OH，R^2＝H

(2*RS*,3*SR*)-5-{(2*RS*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1,2,3,4-tetrahydronaphthalene-2,3-diol

R^1＝H，R^2＝OH

(2*RS*,3*SR*)-5-{(2*SR*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1,2,3,4-tetrahydronaphthalene-2,3-diol

[*42200-33-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナドロール($C_{17}H_{27}NO_4$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄褐白色の結晶性の粉末である．

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)にやや溶けやすく，水又はクロロホルムに溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない．

融点：約137℃

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→5000)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測定するとき，波数1585cm^{-1}，1460cm^{-1}，1092cm^{-1}，935cm^{-1}及び770cm^{-1}付近に吸収を認める．

純度試験

（1）　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)．

（2）　類縁物質　本品0.5gをメタノール／クロロホルム混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び対照液としてメタノール／クロロホルム混液(1：1)100μL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)を用いて調製した厚さ0.25mmの薄層板に，原線に沿って約10mmの間隔で，それぞれ長さ25mmにスポットする．次にアセトン／クロロホルム／薄めたアンモニア試液(1→3)混液(8：1：1)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)を照射し，試料溶液の主スポット及び主スポット以外のスポットの位置を確認する．次に試料溶液の主スポット部分及び主スポット以外のスポット部分のシリカゲルをかきとり，主スポット部分にはエタノール(95)30mL，主スポット以外のスポット部分にはエタノール(95)10mLを正確に加えて60分間振り混ぜた後，遠心分離する．これらの上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，波長278nmにおける吸光度を測定する．別に対照液の試料溶液の主スポットに対応する部分及び主スポット以外のスポット部分に対応する部分をそれぞれかきとり，以下同様に操作し空試験を行い，補正する．次式により類縁物質の量を計算するとき，その量は2.0%以下である．

類縁物質の量(%)＝$A_b/(A_b+3A_a)\times 100$

A_a：補正した主スポット部分から得られた吸光度

A_b：補正した主スポット以外のスポット部分から得られた吸光度

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

異性体比　本品0.01gをとり，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により，波数1585cm^{-1}付近の吸収帯の透過率が25～30%の範囲になるように調製し，1600～1100cm^{-1}における赤外吸収スペクトルを測定する．得られた赤外吸収スペクトルから波数1265cm^{-1}付近(ラセミ体A)及び1250cm^{-1}付近(ラセミ体B)における透過率T_{1265}及びT_{1250}を読み取り，それぞれの吸光度A_{1265}及びA_{1250}を求めるとき，A_{1265}/A_{1250}は0.72～1.08である．

定量法　本品を乾燥し，その約0.28g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3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青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行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝30.94mg $C_{17}H_{27}NO_4$

貯法

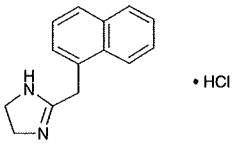
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ナファゾリン塩酸塩

Naphazoline Hydrochloride

塩酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$：246.74

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monohydrochloride

[*550-99-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン塩酸塩($C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

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．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けやすく，無水酢酸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．

融点：255～260℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに臭素試液5mLを加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→100)30mLに水酸化ナトリウム試液2mLを加え，ジエチルエーテル25mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を80℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は117～120℃である．

（3）　(2)の残留物0.02gに希塩酸2～3滴及び水5mLを加えて溶かし，ライネッケ塩試液2mLを加えるとき，赤紫色の結晶性の沈殿を生じる．

（4）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mL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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.67mg $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$

貯法

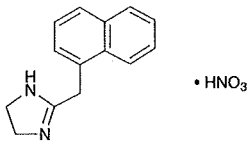
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ナファゾリン硝酸塩

Naphazoline Nitrate

硝酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$: 273.29

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole mononitrate

[*5144-52-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$)98.5%以上を含む．

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．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)10mLに臭素試液5mLを加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→100)20mLに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ジエチルエーテル25mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を80℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は117～120℃である．

（3）　本品の水溶液(1→20)は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品0.1gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは5.0～7.0である．

融点〈*2.60*〉　167～170℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gを水50mL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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.4gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1)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3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝27.33mg $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ナファゾリン・クロルフェニラミン液

Naphazoline and Chlorpheniramine Solution

本品は定量するとき，ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3：273.29)0.045～0.055w/v%及びクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$：390.86)0.09～0.11w/v%を含む．

製法

ナファゾリン硝酸塩	0.5g
クロルフェニラミンマレイン酸塩	1g
クロロブタノール	2g
グリセリン	50mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品20mLに水酸化カリウム溶液(7→10)2mL及びピリジン5mLを加え，100℃で5分間加熱するとき，液は赤色を呈する(クロロブタノール)．

（2） 本品10mLを共栓試験管にとり，エタノール(95)10mL，水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化銅(Ⅱ)二水和物のエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加え，振り混ぜるとき，液は青色を呈する(グリセリン)．

（3） 本品20mLに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，ジエチルエーテル10mLで抽出し，ジエチルエーテル層を分取する．この液5mLをとり，溶媒を留去し，残留物をメタノール5mLに溶かし，試料溶液とする．別に硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品0.01gずつをそれぞれメタノール10mL及び5mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μL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／メタノール／アセトン／アンモニア水(28)混液(73：15：10：2)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2個のスポットのR_f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_f値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポット並びにそれらに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定量法 本品4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に水を加えて10mLとし，試料溶液とする．別に105℃で2時間乾燥した定量用硝酸ナファゾリン約50mg及び105℃で3時間乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品約0.1gをそれぞれ精密に量り，水に溶かし，正確に100mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，更に水を加えて10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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．試料溶液の内標準物質のピーク高さに対するナファゾリン及びクロルフェニラミンのピーク高さの比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するナファゾリン及びクロルフェニラミンのピーク高さの比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

ナファゾリン硝酸塩($C_{14}H_{14}N_2$・HNO_3)の量(mg)
$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/25$

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2$・$C_4H_4O_4$)の量(mg)
$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/25$

M_{Sa}：定量用硝酸ナファゾリンの秤取量(mg)
M_{Sb}：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 エテンザミドのメタノール溶液(1→1000)
操作条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
カラム：内径約4mm，長さ25～30cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：アセトニトリル／ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液(1→500)混液(1：1)
流量：クロルフェニラミンの保持時間が約10分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナファゾリン，クロルフェニラミンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

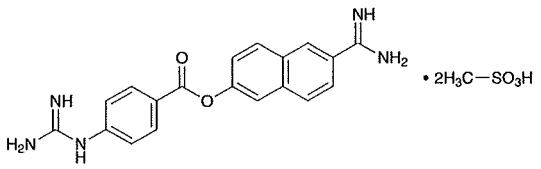
貯法

保存条件 遮光して保存する．
容器 気密容器．

ナファモスタットメシル酸塩

Nafamostat Mesilate

メシル酸ナファモスタット



$C_{19}H_{17}N_5O_2 \cdot 2CH_4O_3S$：539.58

6-Amidinonaphthalen-2-yl 4-guanidinobenzoate bis(methanesulfonate)

[*82956-11-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファモスタットメシル酸塩($C_{19}H_{17}N_5O_2 \cdot 2CH_4O_3S$)99.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，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．

本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約262℃(分解)．

確認試験

（1） 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品0.1gはメシル酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.7～5.7である．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（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)．

（3） 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う．本品0.10gを移動相100mLに溶かし，試料溶液とする．この液10mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．更にこの液5mL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．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，試料溶液のナファモスタット以外のピークの面積は，標準溶液のナファモスタットのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のナファモスタット以外のピークの合計面積は，標準溶液のナファモスタットのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム6.07gを薄めた酢酸(100)(3→500)1000mLに溶かす．この液700mLにアセトニトリル300mLを加える．

流量：ナファモスタットの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナファモスタットの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液15mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10μLから得たナファモスタットのピーク面積が，標準溶液のナファモスタットのピーク面積の1.1～1.9%になることを確認する．

システムの性能：本品0.1gを移動相に溶かし，100mLとする．この液10mLを量り，移動相を加えて100mLとする．この液5mLに6－アミジノ－2－ナフトールメタンスルホン酸塩の移動相溶液(1→20000)5mLを加えた液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，6－アミジノ－2－ナフトール，ナファモスタットの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナファモスタットのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

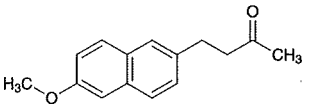
定量法 本品を乾燥し，その約0.25gを精密に量り，ギ酸4mLに溶かし，無水酢酸50mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝26.98mg $C_{19}H_{17}N_5O_2 \cdot 2CH_4O_3S$

貯法 容器 気密容器．

ナブメトン

Nabumetone



$C_{15}H_{16}O_2$：228.29

4-(6-Methoxynaphthalen-2-yl)butan-2-one

[*42924-53-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)98.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→30000)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ナブメトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　79～84℃

純度試験

（1）　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1.0mLを加える(10ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品20mgをアセトニトリル20mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mLとする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20mL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．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，試料溶液の類縁物質Gのピーク面積は，標準溶液のナブメトンのピーク面積の3／5倍より大きくなく，ナブメトン及び類縁物質G以外のピークの面積は，標準溶液のナブメトンのピーク面積の1／5倍より大きくない．また，試料溶液のナブメトン以外のピークの合計面積は，標準溶液のナブメトンのピーク面積の1.6倍より大きくない．ただし，ナブメトンのピークに対する相対保持時間約0.73，0.85，0.93，1.2，1.9，2.6及び2.7の類縁物質A，B，C，D，E，F及びGのピーク面積はそれぞれ感度係数0.12，0.94，0.25，0.42，1.02，0.91及び0.1を乗じて補正する．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相A：水／酢酸(100)混液(999：1)

移動相B：アセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(7：3)

移動相の送液：移動相A及びBの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 12	60	40
12 ～ 28	60 → 20	40 → 80

流量：毎分1.3mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナブメトンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たナブメトンのピーク面積が，標準溶液のナブメトンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナブメトンのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　0.2%以下(1g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びナブメトン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約20mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に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*〉により試験を行い，それぞれの液のナブメトンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したナブメトン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に4μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／酢酸(100)混液(999：1)600mLにアセトニトリル／テトラヒドロフラン混液(7：3)400mLを加える．

流量：ナブメトンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナブメトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナブメトンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ナブメトン錠

Nabumetone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$：228.29)を含む．

製法 本品は「ナブメトン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ナブメトン」80mgに対応する量をとり，メタノール50mLを加え，10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液1mLをとり，メタノールを加えて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するとき，波長259～263nm，268～272nm，316～320nm及び330～334nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉 試験液にポリソルベート80 3gに水を加えて100mLとした液900mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)約89μgを含む液となるように，エタノール(99.5)20mLに試験液を加えて50mLとした液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にナブメトン標準品(別途「ナブメトン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール(99.5)20mLに試験液を加えて50mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長331nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 360$

M_S：脱水物に換算したナブメトン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の表示量(mg)

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)約0.2gに対応する量を精密に量り，水10mLを加えて振り混ぜ，メタノール40mLを加えて30分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別にナブメトン標準品(別途「ナブメトン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約40mgを精密に量り，メタノール50mL及び内標準溶液を正確に20mL加えて溶かした後，メタノールを加えて200mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するナブメトンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ナブメトン($C_{15}H_{16}O_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したナブメトン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.12gをメタノールに溶かし，100mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(550：450：1)

流量：ナブメトンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

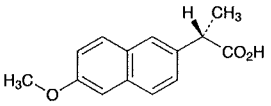
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナブメトン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は13以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ナブメトンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 密閉容器．

ナプロキセン

Naproxen



$C_{14}H_{14}O_3$：230.26

(2*S*)-2-(6-Methoxynaphthalen-2-yl)propanoic acid

[*22204-53-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナプロキセン($C_{14}H_{14}O_3$)98.5%以上を含む．

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．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はクロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gをメタノール5mLに溶かし，水5mLを加えた後，ヨウ化カリウム試液2mL及びヨウ素酸カリウム溶液(1→100)5mLを加えて振り混ぜるとき，液は黄色～黄褐色を呈する．これにクロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→300)1mLに過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液4mL及び*N,N'*－ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液1mLを加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に20分間放置する．冷後，過塩素酸鉄(Ⅲ)・エタノール試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：+63.0～+68.5°(乾燥後，0.1g，クロロホルム，10mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　154～158℃

純度試験

（1）　溶状　本品2.0gをアセトン20mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.070以下である．

（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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1ppm以下)．

（4）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをエタノール(99.5)／クロロホルム混液(1：1)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，エタノール(99.5)／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，エタノール(99.5)／クロロホルム混液(1：1)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．次にヘキサン／ジクロロメタン／テトラヒドロフラン／酢酸(100)混液(50：30：17：3)を展開溶媒として約12cm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及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，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，薄めたメタノール(4→5)100mLを加え，必要ならば穏やかに加温して溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝23.03mg $C_{14}H_{14}O_3$

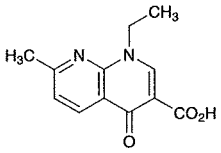
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ナリジクス酸

Nalidixic Acid



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

1-Ethyl-7-methyl-4-oxo-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid

[*389-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナリジクス酸($C_{12}H_{12}N_2O_3$)99.0～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.01mol/L水酸化ナトリウム試液溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　225～231℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水50mLを加え，70℃で5分間加温した後，急冷してろ過する．ろ液25mLに希硝酸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0.35mLを加える(0.012%以下)．

（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)．

（3）　類縁物質　本品20mgを0.01mol/L水酸化ナトリウム試液20mLに溶かす．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mL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．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，試料溶液のナリジクス酸以外のピークの面積は，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のナリジクス酸以外のピークの合計面積は標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物6.24gを水950mLに溶かし，リン酸を加えてpH2.8に調整し，水を加えて1000mLとする．この液300mLにメタノール200mLを加える．

流量：ナリジクス酸の保持時間が約19分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナリジクス酸の保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとする．この液10μLから得たナリジクス酸のピーク面積が，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の40～60%になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル25mgを水／メタノール混液(1：1)100mLに溶かした液1mLに，水を加えて10mLとする．この液5mLに標準溶液5mLを加える．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ナリジクス酸の順に溶出し，その分離度は13以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ナリジクス酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミド50mL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50mLに水／メタノール混液(89：11)13mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

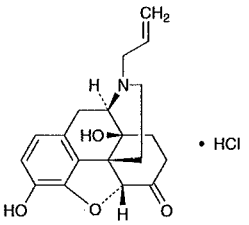
0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL
＝23.22mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯法　容器　気密容器．

ナロキソン塩酸塩

Naloxone Hydrochloride

塩酸ナロキソン



$C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$: 363.84

(5*R*,14*S*)-17-Allyl-4,5-epoxy-3,14-dihydroxymorphinan-6-one monohydrochloride

[*357-08-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ナロキソン塩酸塩($C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

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

本品は吸湿性である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

（3） 本品の水溶液(1→50)は，塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{25}$：－170～－181°(乾燥物に換算したもの0.25g，水，10mL，100mm)．

pH〈*2.54*〉 本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶かした液のpHは4.5～5.5である．

純度試験 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品0.08g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を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア飽和1－ブタノール試液／メタノール混液(20：1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄(Ⅲ)・ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウ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以外のスポットは1個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0%以下[0.1g，105℃，5時間，放冷にはデシケーター(酸化リン(V))を用いる]．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2%以下(0.1g)．

定量法 本品約0.3gを精密に量り，酢酸(100)80mLを加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸80mL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＝36.38mg $C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

1 白色軟膏

2 White Ointment

3 **製法**

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	20g
白色ワセリン	適量
全量	1000g

4　　以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

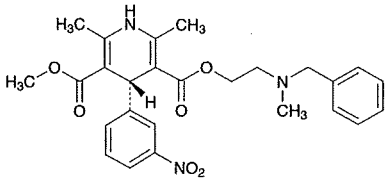
5 **性状**　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

6 **貯法**　容器　気密容器．

ニカルジピン塩酸塩

Nicardipine Hydrochloride

塩酸ニカルジピン



・HCl

及び鏡像異性体

$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99

2-[Benzyl(methyl)amino]ethyl methyl(4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride

[*54527-84-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)98.5%以上を含む．

性状　本品はわずかに緑みを帯びた黄色の結晶性の粉末である．

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)にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又は無水酢酸に溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，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0.02gに水10mL及び硝酸3mLを加えて溶かした液は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　167～171℃

純度試験

（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．比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)．

（2）　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gを移動相50mL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50mLとする．この液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸溶液(43→50000)／アセトニトリル混液(3：2)

流量：ニカルジピンの保持時間が約6分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの性能：本品及びニフェジピン2mgずつを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，ニフェジピンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は3%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約0.9gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝51.60mg $C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ニカルジピン塩酸塩注射液

Nicardipine Hydrochloride Injection

塩酸ニカルジピン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99)を含む．

製法　本品は「ニカルジピン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」1mgに対応する容量をとり，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長235～239nm及び351～355nmに吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　3.0～4.5

純度試験　類縁物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」5mgに対応する容量を量り，移動相を加えて10mLとし，試料溶液とする．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．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，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20mLとする．この液10μLから得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の8～12%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　8.33EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)約2mgに対応する容量を正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ニカルジピンを105℃で2時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニカルジピン塩酸塩($C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl)の量(mg)

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

M_S：定量用塩酸ニカルジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジ－*n*－ブチルのメタノール溶液(1→625)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水に溶かし，1000mLとする．この液320mLにメタノール680mLを加える．

流量：ニカルジピンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

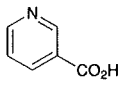
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ニコチン酸

Nicotinic Acid



$C_6H_5NO_2$：123.11

Pyridine-3-carboxylic acid

[*59-67-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸($C_6H_5NO_2$)99.5%以上を含む．

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，わずかに酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

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ける．

確認試験

（1）　本品5mgに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを混ぜ，5～6秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品0.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸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．

pH〈*2.54*〉　本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは3.0～4.0である．

融点〈*2.60*〉　234～238℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.20gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gに希塩酸3mL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0.40mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする(0.019%以下)．

（4）　ニトロ化合物　本品1.0gに水酸化ナトリウム試液8mL及び水を加えて溶かし20mLとするとき，液の色は色の比較液Aより濃くない．

（5）　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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，1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0.3gを精密に量り，水50mLに溶かし，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液5滴)．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝12.31mg $C_6H_5NO_2$

貯法　容器　密閉容器．

ニコチン酸注射液

Nicotinic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～110.0%に対応するニコチン酸($C_6H_5NO_2$：123.11)を含む．

製法　本品は「ニコチン酸」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加えることができる．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：5.0～7.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ニコチン酸」0.1gに対応する容量をとり，希塩酸0.3mLを加えた後，水浴上で濃縮して2mLとする．冷後，析出した結晶をろ取し，少量の氷冷した水で，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は234～238℃である．また，このものにつき，「ニコチン酸」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)の乾燥した結晶0.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長261～263nmに吸収の極大を示し，235～239nmに吸収の極小を示す．また，この液の吸収極大の波長における吸光度をA_1，吸収極小の波長における吸光度をA_2とするとき，A_2/A_1は0.35～0.39である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　3.0EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のニコチン酸($C_6H_5NO_2$)約0.1gに対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，試料溶液とする．別にニコチン酸標準品を105℃で1時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に移動相を加えて100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニコチン酸($C_6H_5NO_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ニコチン酸標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　カフェインの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

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

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：1－オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gをpH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液／メタノール混液(4：1)に溶かし，1000mLとする．

流量：カフェインの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

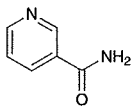
システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ニコチン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

ニコチン酸アミド

Nicotinamide



$C_6H_6N_2O$：122.12

Pyridine-3-carboxamide

[*98-92-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)98.5～102.0%を含む．

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，味は苦い．

本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1）　本品5mgに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.01gを混ぜ，5～6秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品0.02gに水酸化ナトリウム試液5mLを加え，注意して煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（3）　本品0.02gを水に溶かし，1000mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸アミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0～7.5である．

融点〈*2.60*〉　128～131℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

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

（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0.40mLを加える(0.019%以下)．

（4）　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3.0mLを加える(30ppm以下)．

（5）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.20gをとり，試験を行う．液の色は色の比較液Aより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びニコチン酸アミド標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを水3mLに溶かした後，それぞれに移動相を加えて正確に100mLとする．この液8mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50mLとする．この液5mLずつを正確に量り，内標準溶液5mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μL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ニコチン酸アミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥したニコチン酸アミド標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ニコチン酸溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1gを水に溶かし，1000mLとする．この液700mLにメタノール300mLを加える．

流量：ニコチン酸アミドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

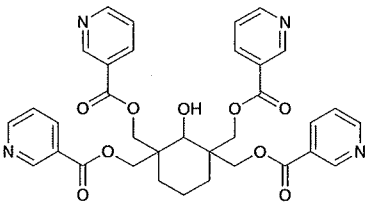
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニコチン酸アミドの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20μL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ニコチン酸アミドのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ニコモール

Nicomol



$C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64

(2-Hydroxycyclohexane-1,1,3,3-tetrayl)tetramethyl tetranicotinate

[*27959-26-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，水，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．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.01gに1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.02gを混ぜ，希エタノール2mLを加えて水浴中で5分間加熱し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品0.1gを希塩酸5mLに溶かし，ライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

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

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

融点〈*2.60*〉　181～185℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え，5分間振り混ぜてろ過し，ろ液25mLに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.60mL及びフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.6gを希硝酸15mL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に希硝酸15mL及び水を加えて50mLとする(0.024%以下)．

（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)．

（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)．

（6）　類縁物質　本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mL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．次にジクロロメタン／エタノール(95)／アセトニトリル／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．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，4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1.5gを精密に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液40mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて10分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.25mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝80.08mg $C_{34}H_{32}N_4O_9$

貯法　容器　気密容器．

1 ニコモール錠

2 Nicomol 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　ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64)を含む．
5 **製法**　本品は「ニコモール」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「ニコモール」0.5g
7　に対応する量をとり，クロロホルム20mLを加えて振り混ぜ
8　た後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につ
9　き，「ニコモール」の確認試験(1)及び(2)を準用する．
10 **製剤均一性** 〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．
11 **溶出性** 〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900mLを用い，パド
12　ル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の60分間
13　の溶出率は75%以上である．
14　　本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液
15　20mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルター
16　でろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正
17　確に量り，表示量に従い1mL中にニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)
18　約18μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mL
19　とし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを105℃で4
20　時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，試験液に溶かし，正
21　確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，試験液を加
22　えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標
23　準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を
24　行い，波長262nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

25　ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)表示量に対する溶出率(%)
26　　$=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

27　　M_S：定量用ニコモールの秤取量(mg)
28　　C：1錠中のニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)の表示量(mg)

29 **定量法**　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末
30　とする．ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)約1gに対応する量を精密に
31　量り，1mol/L塩酸試液100mLを加え，よく振り混ぜ，水を
32　加えて正確に500mLとし，ろ過する．初めのろ液50mLを除
33　き，次のろ液2mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液50mL及び
34　水を加えて正確に250mLとし，試料溶液とする．別に定量
35　用ニコモールを105℃で4時間乾燥し，その約80mgを精密に
36　量り，1mol/L塩酸試液50mLに溶かし，水を加えて正確に
37　100mLとする．この液2mLを正確に量り，1mol/L塩酸試液
38　20mL及び水を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．
39　試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法
40　〈2.24〉 により試験を行い，波長262nmにおける吸光度A_T及
41　びA_Sを測定する．

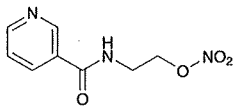
42　ニコモール($C_{34}H_{32}N_4O_9$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 25 / 2$

43　　M_S：定量用ニコモールの秤取量(mg)

44 **貯法**　容器　気密容器．

ニコランジル

Nicorandil



$C_8H_9N_3O_4$：211.17

N-[2-(Nitrooxy)ethyl]pyridine-3-carboxamide

[*65141-46-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ニコランジル($C_8H_9N_3O_4$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶である．

本品はメタノール，エタノール(99.5)，酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約92℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0gを希エタノール20mLに溶かし，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.40mL，希エタノール20mL，希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.010%以下)．

（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)．

（3）　類縁物質　本品20mgを移動相10mL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するとき，ニコランジルに対する相対保持時間約0.86の*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステルのピーク面積はニコランジルのピーク面積の0.5%以下，それ以外のそれぞれのピークの面積は0.1%未満，ニコランジル及び*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル以外のピークの合計面積は全ピーク面積の0.25%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／トリエチルアミン／トリフルオロ酢酸混液(982：10：5：3)

流量：ニコランジルの保持時間が約18分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニコランジルの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に500mL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20mLとする．この液10μLから得たニコランジルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニコランジルのピーク面積の2～8%になることを確認する．

システムの性能：*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル10mgを移動相に溶かし，100mLとする．この液1mLをとり，試料溶液10mLを加えた液につき，上記の条件で操作するとき，*N*－(2－ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル，ニコランジルの順に溶出し，その分離度は3.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニコランジルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

水分〈*2.48*〉　0.1%以下(2g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品約0.3gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)30mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝21.12mg $C_8H_9N_3O_4$

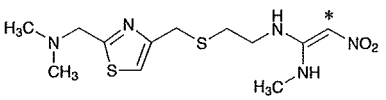
貯法

保存条件　2～8℃で保存する．

容器　気密容器．

ニザチジン

Nizatidine



及びC^*位幾何異性体

$C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$：331.46

(1*EZ*)-*N*-{2-[({2-[(Dimethylamino)methyl]thiazol-4-yl}methyl)sulfanyl]ethyl}-*N'*-methyl-2-nitroethene-1,1-diamine

[*76963-41-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)98.0～101.0%を含む．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニザチジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，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ニザチジン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈*2.60*〉 130～135℃(乾燥後)．

純度試験

（1） 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．ただし，硫酸3mLを用いる(10ppm以下)．

（2） 類縁物質 本品50mgを移動相A／移動相B混液(19：6)10mLに溶かし，試料溶液とする．この液3mLを正確に量り，移動相A／移動相B混液(19：6)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50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニザチジン以外のピークの面積は標準溶液のニザチジンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のニザチジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニザチジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：酢酸アンモニウム5.9gを水760mLに溶かし，ジエチルアミン1mLを加えた後，酢酸(100)を加えてpH7.5に調整する．

移動相B：メタノール

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

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0～ 3	76	24
3 ～ 20	76 → 50	24 → 50
20 ～ 45	50	50

流量：毎分1.0mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニザチジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り，移動相A／移動相B混液(19：6)を加えて正確に25mLとする．この液50μLから得たニザチジンのピーク面積が，標準溶液のニザチジンのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニザチジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ20000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニザチジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(2g，100℃，1時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品及びニザチジン標準品を乾燥し，その約15mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に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*〉により試験を行い，それぞれのニザチジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム5.9gを水760mLに溶かし，ジエチルアミン1mLを加えた後，酢酸(100)でpH7.5に調整する．この液にメタノール240mLを加える．

流量：ニザチジンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニザチジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下で

ある．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニザチジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ニザチジンカプセル

Nizatidine Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$：331.46)を含む．

製法 本品は「ニザチジン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「ニザチジン」50mgに対応する量をとり，メタノール50mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1mLをとり，メタノールを加えて100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長239～244nm及び波長323～327nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個の内容物を取り出し，1mL中にニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)約1.5mgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする．10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液10mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フェノールの移動相溶液(1→100)

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

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にニザチジン標準品を100℃で1時間乾燥し，その約25mg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，水を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長314nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)
C：1カプセル中のニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の表示量(mg)

定量法 本品10個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)約0.15gに対応する量を精密に量り，移動相50mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，試料溶液とする．別にニザチジン標準品を100℃で1時間乾燥し，その約15mgを精密に量り，移動相30mLに溶かし，内標準溶液5mLを正確に加え，更に移動相を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニザチジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニザチジン($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：ニザチジン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 フェノールの移動相溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム5.9gを水760mLに溶かした後，ジエチルアミン1mLを加え，酢酸(100)でpH7.5に調整する．この液にメタノール240mLを加える．

流量：ニザチジンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニザチジンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10μL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ニザチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO_2：44.01

[*124-38-9*]

本品は定量するとき，二酸化炭素(CO_2)99.5vol%以上を含む．

性状　本品は室温，大気圧下においては無色のガスで，においはない．

本品1mLは水1mLに溶け，微酸性である．

本品1000mLは温度0℃，気圧101.3kPaで1.978gである．

確認試験

（1）　本品100mLを二酸化炭素測定用検知管に通じるとき，それぞれの検知管に定められた色調に変色する．ただし，二酸化炭素測定用検知管は，測定値の上限が10%以上のものを用いる．

（2）　本品を水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿を分取し，酢酸(31)を加えるとき，泡立って溶ける．

純度試験

（1）　酸　新たに煮沸して冷却した水50mLをネスラー管に入れ，口径約1mmのガス導入管の先端を管底から2mmに位置し，本品1000mLを15分間で通じた後，メチルオレンジ試液0.10mLを加えるとき，液の赤色は次の比較液より濃くない．

比較液：新たに煮沸して冷却した水50mLをネスラー管に入れ，メチルオレンジ試液0.10mL及び0.01mol/L塩酸1.0mLを加える．

（2）　リン化水素，硫化水素及び有機還元性物質　2本のネスラー管A及びBにそれぞれ硝酸銀・アンモニア試液25mL及びアンモニア試液3mLを加え，A液及びB液とする．A液に本品1000mLを(1)と同様の方法で通じるとき，A液の混濁又は着色はB液のものと同じである．

（3）　一酸化炭素　本品の規定量を一酸化炭素測定用検知管に通じるとき，一酸化炭素濃度は15ppm未満である．ただし，通気する本品の量(mL)は，それぞれの検知管により定められる．

定量法　適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液(1→2)125mLを入れる．次に本品約100mLを水を満たした約100mLのガスビュレット中に精密に量り，これをガスピペットに移し，5分間振り混ぜる．吸収されずに残るガスを時々ガスビュレットに戻し，その容量を量りながらこの操作を繰り返す．吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき，その容量を量りV(mL)とする．ただし，採取量及びVは，20℃で気圧101.3kPaの容量に換算したものとする．

二酸化炭素(CO_2)の量(mL)＝本品の採取量(mL)－V(mL)

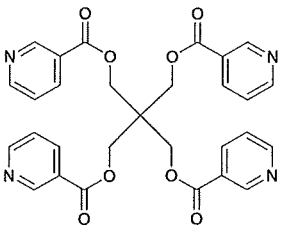
貯法

保存条件　40℃以下で保存する．

容器　耐圧密封容器．

ニセリトロール

Niceritrol



$C_{29}H_{24}N_4O_8$：556.52

Pentaerythritol tetranicotinate

[*5868-05-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセリトロール($C_{29}H_{24}N_4O_8$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　162～165℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0gに水50mLを加え，時々振り混ぜながら70℃で20分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液25mL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1.0mLを加える(0.036%以下)．

（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)．

（3）　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．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを用いる(2ppm以下)．

（4）　ピリジン　本品0.5gを，*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする．別にピリジン約0.1gを精密に量り，*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする．この液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100mLとする．この液0.5mL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10mLとし，標準溶液とする．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グラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク面積を測定するとき，試料溶液のピリジンのピーク面積は標準溶液のピリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3mm，長さ3mのガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを酸処理及びシラン処理した150～180μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10%の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ピリジンの保持時間が約2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2μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピリジンのピークの理論段数は1500段以上である．

システムの再現性：標準溶液2μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピリジンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

（5）　遊離酸　本品約1gを精密に量り，分液漏斗に入れ，クロロホルム20mLに溶かし，水20mL，次に10mLでよく振り混ぜて抽出する．全抽出液を合わせ，0.01mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．次の式によって計算するとき，ニコチン酸($C_6H_5NO_2$：123.11)に換算した遊離酸の量は0.1%以下である．

0.01mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝1.231mg $C_6H_5NO_2$

（6）　類縁物質　本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20mL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／エタノール(95)混液(4：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

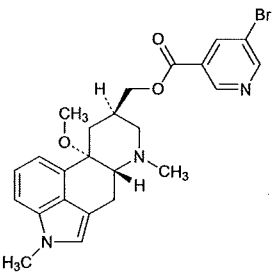
定量法　本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，0.5mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を付け，20分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.5mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.5mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝69.57mg $C_{29}H_{24}N_4O_8$

貯法　容器　密閉容器．

ニセルゴリン

Nicergoline



$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39

[(8*R*,10*S*)-10-Methoxy-1,6-dimethylergolin-8-yl]methyl 5-bromopyridine-3-carboxylate

[*27848-84-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，エタノール(99.5)又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に淡褐色となる．

融点：約136℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋5.2～＋6.2°(乾燥後，0.5g，エタノール(95)，10mL，100mm)．

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　本品25mgをアセトニトリル25mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50mL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，試料溶液のニセルゴリンのピークに対する相対保持時間約0.5の類縁物質のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の4倍より大きくない．また，試料溶液のニセルゴリン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の2.5倍より大きくなく，ピーク面積が標準溶液のニセルゴリンのピーク面積より大きいものは2個以下である．更に試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の7.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

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．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加えてpH7.0に調整する．この液350mLにメタノール350mL及びアセトニトリル300mLを加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約25分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLにアセトニトリルを加えて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，アセトニトリルを加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

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，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2g，減圧，60℃，2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0.4gを精密に量り，無水酢酸10mLを加え，加温して溶かし，冷後，ニトロベンゼン40mLを加え，0.1mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ニュートラルレッド試液10滴)．ただし，滴定の終点は液の赤色が青紫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行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝24.22mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ニセルゴリン散

Nicergoline Powder

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39)を含む．

製法　本品は「ニセルゴリン」をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ニセルゴリン」10mgに対応する量をとり，薄めたエタノール(4→5)20mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，10分間遠心分離する．上澄液2mLに，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長226～230nm及び286～290nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　定量法で得た試料溶液20μL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，ニセルゴリン以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：定量法で得た標準溶液1mLにアセトニトリル／水混液(17：3)を加えて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，アセトニトリル／水混液(17：3)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の表示量に従いニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)約5mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約50mgを精密に量り，0.1mol/L塩酸試液に溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長225nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに250nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S / M_T \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1 / C \times 9$$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1g中のニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の表示量(mg)

定量法　本品のニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)約20mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH7.0に調整する．この液350mLにメタノール350mL及びアセトニトリル300mLを加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

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，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ニセルゴリン錠

Nicergoline Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39)を含む．

製法 本品は「ニセルゴリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ニセルゴリン」10mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)20mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液2mLに，エタノール(99.5)を加えて100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長226～230nm及び286～290nmに吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 定量法で得た試料溶液20μL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，ニセルゴリン以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：定量法で得た標準溶液1mLにアセトニトリル／水混液(17：3)を加えて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，アセトニトリル／水混液(17：3)を加えて正確に100mLとする．この液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液20μLから得たニセルゴリンのピーク面積の3～7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたエタノール(4→5)25mLを正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，5分間振り混ぜる．この液を10分間遠心分離し，上澄液4mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約10mgを精密に量り，薄めたエタノール(4→5)25mLを正確に加えて溶かす．この液4mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長288nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに340nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の量(mg)

$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1/2$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

溶出性 別に規定する．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)約20mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加え，10分間激しく振り混ぜた後，10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを60℃で2時間減圧乾燥し，その約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(17：3)20mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液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，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニセルゴリン($C_{24}H_{26}BrN_3O_3$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ニセルゴリンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

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．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH7.0に調整する．この液350mLにメタノール350mL及びアセトニトリル300mLを加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約25分になるように調整する．

システム適合性

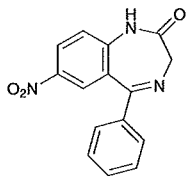
システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

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，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法 容器 気密容器．

ニトラゼパム

Nitrazepam



$C_{15}H_{11}N_3O_3$：281.27

7-Nitro-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*146-22-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約227℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→500)3mLに水酸化ナトリウム試液0.1mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品0.02gに希塩酸15mLを加え，5分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　(2)のろ液0.5mLに水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，ニンヒドリン試液2mLを加えて水浴上で加熱するとき，液は紫色を呈する．

（4）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gをアセトン20mLに溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.25gをメタノール／クロロホルム混液(1：1)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／クロロホルム混液(1：1)を加えて正確に20mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール／クロロホルム混液(1：1)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．次にニトロメタン／酢酸エチル混液(17：3)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4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0.4gを精密に量り，酢酸(100)40mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝28.13mg $C_{15}H_{11}N_3O_3$

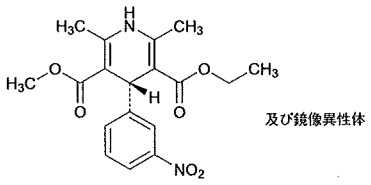
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ニトレンジピン

Nitrendipine



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36

3-Ethyl 5-methyl(4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*39562-70-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)98.5～101.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

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

本品は光によって徐々に帯褐黄色となる．

本品のアセトニトリル溶液(1→50)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→80000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　157～161℃

純度試験

（1）　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)．

（2）　類縁物質　本操作は，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品40mgをアセトニトリル5mLに溶かし，移動相を加えて25mL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10μLずつを正確にとり，直ちに次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し，次式により類縁物質の量を求めるとき，ニトレンジピンに対する相対保持時間約0.8の類縁物質は1.0%以下であり，ニトレンジピンに対する相対保持時間約1.3の類縁物質は0.25%以下であり，その他の個々の類縁物質はそれぞれ0.2%以下である．また，ニトレンジピン以外の類縁物質の合計量は2.0%以下である．

類縁物質の量(%)$=A_T/A_S$

A_T：試料溶液から得たニトレンジピン以外の各々のピーク面積

A_S：標準溶液から得たニトレンジピンのピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／アセトニトリル混液(14：6：5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニトレンジピンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

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10mLとする．この液10μLから得たニトレンジピンのピーク面積が標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の14～26%になることを確認する．

システムの性能：本品10mg及びパラオキシ安息香酸プロピル3mgをアセトニトリル5mLに溶かし，移動相を加えて100mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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0.3gを精密に量り，硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→100)60mLに溶かし，水50mLを加え，0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：1,10－フェナントロリン試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤だいだい色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硫酸四アンモニウムセリウム(Ⅳ)液1mL
＝18.02mg $C_{18}H_{20}N_2O_6$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ニトレンジピン錠

Nitrendipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36)を含む．

製法　本品は「ニトレンジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニトレンジピン」5mgに対応する量をとり，メタノール70mLを加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて100mLとし，遠心分離する．上澄液5mLにメタノールを加えて20mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長234～238nm及び350～354nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，薄めたアセトニトリル(4→5)15mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に10分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて正確に20mLとし，遠心分離する．ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)約1mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて25mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 1 / 5$

M_S：定量用ニトレンジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(4→5)溶液(1→10000)

溶出性〈6.10〉　試験液に5mg錠にはポリソルベート80 3gに水を加えて5Lとした液を，10mg錠にはポリソルベート80 3gに水を加えて2000mLとした液それぞれ900mLを用い，パドル法により毎分100回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示量に従い1mL中にニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)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とし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを105℃で2時間乾燥し，その約28mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に50mLとする．更にこの液5mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25mL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，それぞれの液のニトレンジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用ニトレンジピンの秤取量(mg)

C：1錠中のニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：356nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／アセトニトリル混液(14：6：5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニトレンジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品20個をとり，薄めたアセトニトリル(4→5)150mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に10分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて正確に200mLとし，遠心分離する．ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)約2mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて50mLとし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを105℃で2時間乾燥し，その約0.1gを精密に量り，薄めたアセトニトリル(4→5)に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液10mLを正確に加え，更に薄めたアセトニトリル(4→5)を加えて50mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニトレンジピン($C_{18}H_{20}N_2O_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 50$

M_S：定量用ニトレンジピンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル(4→5)溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径6mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／テトラヒドロフラン／アセトニトリル混液(14：6：5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10μLにつき，上記の条件で

103　　操作するとき，内標準物質，ニトレンジピンの順に溶
104　　出し，その分離度は6以上である．
105　　システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件
106　　で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積
107　　に対するニトレンジピンのピーク面積の比の相対標準
108　　偏差は1.0%以下である．
109　**貯法**
110　　保存条件　遮光して保存する．
111　　容器　気密容器．

ニトログリセリン錠

Nitroglycerin Tablets

本品は定量するとき，表示量の80.0～120.0%に対応するニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$：227.09)を含む．

製法 本品はニトログリセリンをとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)6mgに対応する量をとり，ジエチルエーテル12mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5mLをとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物を硫酸1～2滴に溶かし，ジフェニルアミン試液1滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2） (1)の試料溶液5mLをとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物に水酸化ナトリウム試液5滴を加え，小さい炎の上で加熱し，約0.1mLに濃縮する．冷後，残留物に硫酸水素カリウム0.02gを加えて加熱するとき，アクロレインのにおいを発する．

純度試験 遊離硝酸イオン 本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)20mgに対応する量を精密に分液漏斗にとり，イソプロピルエーテル40mL及び水40mLを加えて10分間振り混ぜた後，水層を分取する．この液にイソプロピルエーテル40mLを加えて10分間振り混ぜた後，水層を分取してろ過し，試料溶液とする．別に硝酸標準液10mLを分液漏斗にとり，水30mL及び試料溶液の調製に用いた初めのイソプロピルエーテル層40mLを加えて10分間振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20mLずつをそれぞれ別のネスラー管にとり，水30mL及びグリース・ロメン硝酸試薬0.06gを加えてよく振り混ぜ，30分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

製剤均一性 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個を共栓遠心沈殿管にとり，1mL中にニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)約30μgを含む液となるように酢酸(100)V mLを正確に加え，1時間激しく振り混ぜ，錠剤を崩壊させた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．もし，この方法で錠剤が崩壊しないときは，本品1個を共栓遠心沈殿管にとり，酢酸(100)0.05mLを加えて潤し，ガラス棒ですりつぶした後，ガラス棒を洗いながら1mL中にニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)約30μgを含む液となるように酢酸(100)を加えて正確にV mLとし，1時間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを105℃で4時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，水5mLに溶かし，酢酸(100)を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，酢酸(100)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2mLずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液2mLを加えて振り混ぜ，15分間放置した後，水10mLを加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液(2→5)約12mLを加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に50mLとする．これらの液につき，酢酸(100)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長410nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2000 \times 0.749$

M_S：硝酸カリウムの秤取量(mg)

試料10個の個々の含量から平均含量を計算するとき，その値と個々の含量との偏差(%)が25%以下のときは適合とする．また，偏差が25%を超え，30%以下のものが1個のときは，更に試料20個について試験を行う．2回の試験の合計30個の平均含量と個々の含量との偏差(%)を計算するとき，25%を超え30%以下のものが1個以下で，かつ30%を超えるものがないときは適合とする．

崩壊性〈6.09〉 試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は2分間とし，補助盤は用いない．

定量法 本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，軽く圧して崩壊させる．ニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)約3.5mgに対応する量を精密に量り，酢酸(100)50mLを正確に加え，1時間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを105℃で4時間乾燥し，その約90mgを精密に量り，水5mLに溶かし，酢酸(100)を加えて正確に100mLとする．この液10mLを正確に量り，酢酸(100)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2mLずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液2mLを加えて振り混ぜ，15分間放置した後，水10mLを加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液(2→5)約12mLを加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に50mLとする．これらの液につき，酢酸(100)2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長410nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ニトログリセリン($C_3H_5N_3O_9$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/20 \times 0.749$

M_S：硝酸カリウムの秤取量(mg)

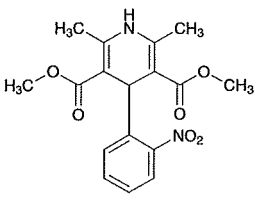
貯法

保存条件 遮光して，20℃以下で保存する．

容器 気密容器．

ニフェジピン

Nifedipine



$C_{17}H_{18}N_2O_6$：346.33

Dimethyl 2,6-dimethyl-4-(2-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*21829-25-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はアセトン又はジクロロメタンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品0.05gをエタノール(95)5mLに溶かし，塩酸5mL及び亜鉛粉末2gを加え，5分間放置した後，ろ過する．ろ液につき，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を行うとき，液は赤紫色を呈する．

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

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

融点〈*2.60*〉　172～175℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5gをアセトン5mLに溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.5gに希酢酸12mL及び水13mLを加え，沸騰するまで加熱する．冷後，ろ過し，初めのろ液10mLを除き，次のろ液5mL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(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(2)のろ液4mLをとり，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.45mLを加える(0.054%以下)．

（4）　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)．

（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)．

（6）　塩基性物質　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品5.0gをアセトン／酢酸(100)混液(5：3)80mLに溶かし，0.02mol/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．0.02mol/L過塩素酸の消費量は1.9mL以下である．

（7）　2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.15gをとり，ジクロロメタンに溶かし，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2,6－ジメチル－4－(2－ニトロソフェニル)－3,5－ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル10mgをとり，ジクロロメタン10mLを正確に加えて溶かす．この液1mLを正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に20mL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．次にシクロヘキサン／酢酸エチル混液(3：2)を展開溶媒として約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，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本操作は，光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約0.12gを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長350nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する．

ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)の量(mg)＝A／142.3 × 40000

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

日本脳炎ワクチン

Japanese Encephalitis Vaccine

本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の日本脳炎ワクチンの条に適合する．

性状　本品は無色の澄明又はわずかに白濁した液である．

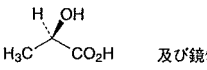
1 乾燥日本脳炎ワクチン

2 Freeze-dried Japanese Encephalitis Vaccine

3　　本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む用時溶解して用
4　いる注射剤である．
5　　本品は生物学的製剤基準の乾燥日本脳炎ワクチンの条に適
6　合する．
7 **性状**　本品は溶剤を加えるとき，無色の澄明又はわずかに白濁
8　した液となる．

乳酸

Lactic Acid



及び鏡像異性体

$C_3H_6O_3$：90.08

(2*RS*)-2-Hydroxypropanoic acid

[*50-21-5*]

本品は乳酸及び無水乳酸の混合物である．

本品は定量するとき，乳酸($C_3H_6O_3$)85.0～92.0%を含む．

性状 本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに不快でないにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は吸湿性である．

比重 d_{20}^{20}：約1.20

確認試験 本品の水溶液(1→50)は青色リトマス紙を赤変し，この液は乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

(1) 塩化物〈*1.03*〉 本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下)．

(2) 硫酸塩〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

(3) 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gに水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，液が微赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し，更に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

(4) 鉄〈*1.10*〉 本品4.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(5ppm以下)．

(5) 糖類 本品1.0gに水10mLを加え，水酸化ナトリウム試液を加えて中性とし，フェーリング試液10mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない．

(6) クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸 本品1.0gに水1.0mLを加え，更に水酸化カルシウム試液40mLを加え，2分間煮沸するとき，液は変化しない．

(7) グリセリン又はマンニトール 本品10mLにジエチルエーテル12mLを加えて振り混ぜるとき，液は混濁しない．

(8) 揮発性脂肪酸 本品を加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

(9) シアン化物 本品1.0gをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→10)を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとした後，水浴中で10分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸1滴を加え，次いでpH6.8のリン酸塩緩衝液10mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて直ちに栓をして静かに混和し，5分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし，25℃で30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液1.0mLを正確に量り，水を加えて20mLとする．この液1.0mLをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，以下同様に操作する．

(10) 硫酸呈色物 あらかじめ15℃にした本品5mLをあらかじめ15℃にした硫酸呈色物用硫酸5mLに徐々に層積し，15℃で15分間放置するとき，境界面に暗色の輪帯を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

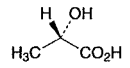
定量法 本品約3gを三角フラスコ中に精密に量り，正確に1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを加え，時計皿で覆い，10分間水浴上で加熱し，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝90.08mg $C_3H_6O_3$

貯法 容器 気密容器．

L−乳酸

L-Lactic Acid



$C_3H_6O_3$：90.08

(2*S*)-2-Hydroxypropanoic acid

[*79-33-4*]

本品はL−乳酸及び無水L−乳酸の混合物である．

本品は定量するとき，L−乳酸($C_3H_6O_3$)85.0～92.0%を含む．

性状 本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに不快でないにおいがある．

本品は水，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は吸湿性である．

比重 d_{20}^{20}：約1.20

確認試験 本品の水溶液(1→50)は青色リトマス紙を赤変し，この液は乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−46～−52° 本品のL−乳酸($C_3H_6O_3$)約2gに対応する量を精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液25mLを正確に加え，時計皿で覆い，15分間水浴上で加熱する．冷後，1mol/L塩酸を加えてpH7.0に調整する．これに七モリブデン酸六アンモニウム四水和物5.0gを加える．更に水を加えて溶かし，正確に50mLとし，層長100mmで測定する．

純度試験

(1) 塩化物〈*1.03*〉 本品1.0gをとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.036%以下)．

(2) 硫酸塩〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

(3) 重金属〈*1.07*〉 本品2.0gに水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，液が微赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し，更に希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

(4) 鉄〈*1.10*〉 本品4.0gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0mLを加える(5ppm以下)．

(5) 糖類 本品1.0gに水10mLを加え，水酸化ナトリウム試液を加えて中性とし，フェーリング試液10mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない．

(6) クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸 本品1.0gに水1.0mLを加え，更に水酸化カルシウム試液40mLを加え，2分間煮沸するとき，液は変化しない．

(7) グリセリン又はマンニトール 本品10mLにジエチルエーテル12mLを加えて振り混ぜるとき，液は混濁しない．

(8) 揮発性脂肪酸 本品を加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

(9) シアン化物 本品1.0gをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→10)を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとした後，水浴中で10分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸1滴を加え，次いでpH6.8のリン酸塩緩衝液10mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて直ちに栓をして静かに混和し，5分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし，25℃で30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液1.0mLを正確に量り，水を加えて20mLとする．この液1.0mLをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，以下同様に操作する．

(10) 硫酸呈色物 あらかじめ15℃にした本品5mLをあらかじめ15℃にした硫酸呈色物用硫酸5mLに徐々に層積し，15℃で15分間放置するとき，境界面に暗色の輪帯を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

定量法 本品約3gを三角フラスコ中に精密に量り，1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを正確に加え，時計皿で覆い，10分間水浴上で加熱し，直ちに過量の水酸化ナトリウムを0.5mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．同様の方法で空試験を行う．

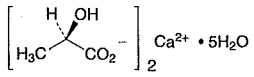
1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝90.08mg $C_3H_6O_3$

貯法 容器 気密容器．

乳酸カルシウム水和物

Calcium Lactate Hydrate

乳酸カルシウム



及び鏡像異性体

$C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$：308.29

Monocalcium bis[(2*RS*)-2-hydroxypropanoate]
pentahydrate

[*63690-56-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，乳酸カルシウム($C_6H_{10}CaO_6$：218.22)97.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに酸味がある．

本品1gは水20mLに徐々に溶け，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溶けない．

本品は常温でやや風解し，120℃で無水物となる．

確認試験　本品の水溶液(1→20)はカルシウム塩及び乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水20mLに加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　(1)の溶液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.50mLを加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gに水30mL及び希酢酸5mL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)．

（4）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0gを水40mLに溶かし，塩化アンモニウム0.5gを加えて煮沸し，シュウ酸アンモニウム試液20mLを加え，水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100mLとし，ろ過する．ろ液50mLに硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固し，恒量になるまで450～550℃で強熱するとき，残留物は5mg以下である．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5gを水2mL及び塩酸3mLに溶かす．これを検液とし，試験を行う(4ppm以下)．

（6）　揮発性脂肪酸　本品1.0gに硫酸2mLを加えて加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　25.0～30.0%(1g，初め80℃で1時間，次に120℃で4時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，水を加えて水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に100mLとする．この液20mLを正確に量り，水80mL及び8mol/L水酸化カリウム試液1.5mLを加えて3～5分間放置した後，NN指示薬0.1gを加え，直ちに0.02mol/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色が青色に変わるときとする．

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1mL

＝4.364mg $C_6H_{10}CaO_6$

貯法　容器　気密容器．

L－乳酸ナトリウム液

Sodium L-Lactate Solution

本品はL－乳酸のナトリウム塩の水溶液である．

本品は定量するとき，表示量の95.0～105.0%に対応するL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)を含む．本品はL－乳酸ナトリウムの含量を表示する．

性状 本品は無色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに塩味がある．

本品は水又はエタノール(99.5)と混和する．

確認試験 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1gに対応する量をとり，水を加えて50mLとした液はナトリウム塩及び乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－38～－44° 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.5gに対応する量を精密に量り，水30mL及び七モリブデン酸六アンモニウム四水和物5.0gを加える．更に水を加えて溶かし，正確に50mLとし，層長100mmで測定する．

ｐＨ〈*2.54*〉 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)5gに対応する量をとり，水を加えて50mLとした液のpHは6.5～7.5である．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をとり，試験を行う．比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下)．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.0gに対応する量をとり，希塩酸7mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.0gに対応する量をとり，希塩酸5mL，希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.0gに対応する量をとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0mLを加える(5ppm以下)．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)2.5gに対応する量をとり，水を加えて10mLとする．この液2mLをとり，これを検液とし，試験を行う(4ppm以下)．

（6） 糖類 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をとり，水10mL及びフェーリング試液10mLを加えて5分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない．

（7） クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をとり，水1mL及び希塩酸1mLを加え，更に水酸化カルシウム試液40mLを加え，2分間煮沸するとき，液は変化しない．

（8） 揮発性脂肪酸 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)3.0gに対応する量をとり，希硫酸2mLを加え，水浴上で加熱するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

（9） シアン化物 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)1.0gに対応する量をネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→10)を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとした後，水浴中で10分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希塩酸を滴加し，酢酸(31)1滴を加え，pH6.8のリン酸塩緩衝液10mL及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて直ちに栓をして静かに混和し，5分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし，25℃で30分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液1.0mLに水を加えて20mLとする．この液1.0mLをネスラー管にとり，水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，以下同様に操作する．

(10) メタノール 本品の表示量に従いL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)5.0gに対応する量をアルコール数測定法〈*1.01*〉の蒸留装置の蒸留フラスコにとり，水10mLを加えて蒸留する．留液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，試料溶液とする．別にメタノール1.0mLを正確に量り，水を加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に200mLとする．この液5mLを正確に量り，水を加えて正確に10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たメタノールのピーク面積は，標準溶液から得たメタノールのピーク面積より大きくない(0.025%以下)．

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150cmのガラス管に149～177μmのガスクロマトグフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：120℃付近の一定温度

注入口及び検出器温度：125℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

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．

システム適合性

システムの性能：メタノール1mL及びエタノール(99.5)1mLに水を加えて100mLとする．この液5mLに水を加えて200mLとする．更にこの液5mLに水を加えて10mLとする．この液10μL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．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を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%以下である．

定量法 本品のL－乳酸ナトリウム($C_3H_5NaO_3$)約0.25gに対応する量を精密に量り，105℃で4時間乾燥した後，酢酸(100)50mLを加え，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)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

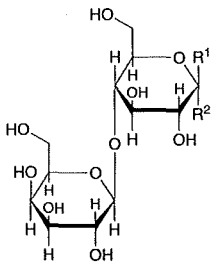
2　L－乳酸ナトリウム液

107　0.1mol/L過塩素酸1mL＝11.21mg $C_3H_5NaO_3$

108　**貯法**　容器　気密容器.

無水乳糖

Anhydrous Lactose



α-乳糖：R^1=H, R^2=OH
β-乳糖：R^1=OH, R^2=H

$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-β-D-glucopyranose
(β-lactose)
β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose
(α-lactose)
[*63-42-3*，無水乳糖]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はβ－乳糖又はβ－乳糖とα－乳糖の混合物である．◆本品は異性体比をα，β－乳糖含有率で表示する．◆

◆**性状** 本品は白色の結晶又は粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

◆**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又は無水乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋54.4～＋55.9° 本品の換算した脱水物約10gに相当する量を精密に量り，50℃に加温した水80mLに溶かした後，放冷する．冷却後，アンモニア試液0.2mLを加え30分間放置する．次に水で正確に100mLとし，この液につき，層長100mmで測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品1.0gを熱湯10mLに溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.04以下である．

（2） 酸又はアルカリ 本品6gを新たに煮沸して冷却した水25mLに加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液0.3mLを加えるとき，液は無色である．この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.4mL以下である．

◆（3） 重金属〈*1.07*〉 本品4.0g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(5ppm以下)．◆

（4） たん白質及び光吸収物質 本品1.0gをとり，水に溶かし100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長210～220nmにおける吸光度は0.25以下，270～300nmにおける吸光度は0.07以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1g，80℃，2時間)．

水分〈*2.48*〉 1.0%以下(1g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液(2：1)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

◆**微生物限度**〈*4.05*〉 本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は5×10CFUである．また，サルモネラ及び大腸菌は認めない．◆

異性体比 本品1mgを5mLのガスクロマトグラフィー用スクリューキャップ付きバイアルにとり，ジメチルスルホキシド0.45mLを加え，栓をしてよく振り混ぜる．ピリジン／トリメチルシリルイミダゾール混液(18：7)1.8mLを加え，栓をして穏やかに振り混ぜた後，20分間放置し，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．液のα－乳糖のピーク面積A_a及びβ－乳糖のピーク面積A_bを測定し，本品中のα－乳糖の含有率(%)及びβ－乳糖の含有率(%)を次式により計算する．

$$\alpha\text{－乳糖の含有率}(\%) = A_a/(A_a+A_b) \times 100$$
$$\beta\text{－乳糖の含有率}(\%) = A_b/(A_a+A_b) \times 100$$

試験条件
- 検出器：水素炎イオン化検出器
- 注入口温度：275℃付近の一定温度
- 検出器温度：275℃付近の一定温度
- カラム：内径4mm，長さ90cmのガラス管にガスクロマトグラフィー用25%フェニル－25%シアノプロピル－メチルシリコーンポリマーをガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんする．
- カラム温度：215℃付近の一定温度
- キャリヤーガス：ヘリウム
- 流量：毎分約40mLの一定流量

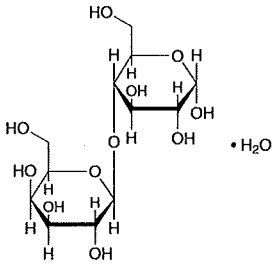
システム適合性
- システムの性能：α－乳糖・β－乳糖混合物(1：1)1mgにつき，試料溶液と同様に操作し，その2μLにつき，上記の条件で操作するとき，β－乳糖のピークに対するα－乳糖のピークの相対保持時間は約0.7で，その分離度は3.0以上である．

◆**貯法** 容器 密閉容器．◆

乳糖水和物

Lactose Hydrate

乳糖



$C_{12}H_{22}O_{11}・H_2O$：360.31

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose monohydrate

[*64044-51-5*，α-及びβ-乳糖一水和物の混合物]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はβ－D－Galactopyranosyl－(1→4)－α－D－glucopyranoseの一水和物である．

◆本品は乳から得られる天然の二糖類で，1個のグルコース単位と1個のガラクトース単位からなる．◆

◆本品のうち造粒した粉末はその旨表示する．◆

◆**性状**　本品は白色の結晶，粉末又は造粒した粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

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又は◆乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋54.4～＋55.9°　本品の換算した脱水物約10gに相当する量を精密に量り，50℃に加温した水80mLに溶かした後，放冷する．冷後，アンモニア試液0.2mLを加え30分間放置する．次に水で正確に100mLとし，この液につき，層長100mmで測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを熱湯10mLに溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400nmにおける吸光度は0.04以下である．

（2）　酸又はアルカリ　本品6gを新たに煮沸して冷却した水25mLに加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液0.3mLを加えるとき，液は無色である．この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで0.1mol/L水酸化ナトリウム液を加えるとき，その量は0.4mL以下である．

◆（3）　重金属〈*1.07*〉　本品4.0gを温湯20mLに溶かし，これに0.1mol/L塩酸試液1mLを加え，水を加えて50mLとし，以下第1法により操作し，試験を行う．比較液には0.1mol/L塩酸試液1mL及び鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以下)．◆

（4）　たん白質及び光吸収物質　本品1.0gをとり，水に溶かし100mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長210～220nmにおける吸光度は0.25以下，270～300nmにおける吸光度は0.07以下である．

◆**乾燥減量**〈*2.41*〉　0.5%以下．ただし，造粒した粉末は1.0%以下とする(1g，80℃，2時間)．◆

水分〈*2.48*〉　4.5～5.5%．◆ただし，造粒した粉末は4.0～5.5%とする◆(1g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液(2：1)を用いる)．

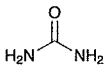
強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

◆**微生物限度**〈*4.05*〉　本品1g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2CFU，総真菌数の許容基準は5×10CFUである．また，サルモネラ及び大腸菌は認めない．◆

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

1 尿素

2 Urea

3 

4 CH_4N_2O : 60.06

5 Urea

6 [*57-13-6*]

7 本品は定量するとき，尿素(CH_4N_2O)99.0%以上を含む．

8 **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
9 なく，冷涼な塩味がある．

10 本品は水に極めて溶けやすく，沸騰エタノール(95)に溶け
11 やすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテ
12 ルに極めて溶けにくい．

13 本品の水溶液(1→100)は中性である．

14 **確認試験**

15 （1） 本品0.5gを加熱するとき，液化してアンモニアのにお
16 いを発する．更に液が混濁するまで加熱を続けた後，冷却し，
17 生じた塊を水10mL及び水酸化ナトリウム試液2mLの混液に
18 溶かし，これに硫酸銅(Ⅱ)試液1滴を加えるとき，液は帯赤
19 紫色を呈する．

20 （2） 本品0.1gを水1mLに溶かし，硝酸1mLを加えるとき，
21 白色の結晶性の沈殿を生じる．

22 **融点** 〈*2.60*〉 132.5～134.5℃

23 **純度試験**

24 （1） 塩化物 〈*1.03*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較
25 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.007%以下)．

26 （2） 硫酸塩 〈*1.14*〉 本品2.0gをとり，試験を行う．比較
27 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)．

28 （3） 重金属 〈*1.07*〉 本品1.0gをとり，第1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 （4） エタノール不溶物 本品5.0gを温エタノール
32 (95)50mLに溶かし，質量既知のガラスろ過器(G4)でろ過し，
33 残留物を温エタノール(95)20mLで洗った後，105℃で1時間
34 乾燥するとき，その量は2.0mg以下である．

35 **強熱残分** 〈*2.44*〉 0.1%以下(1g)．

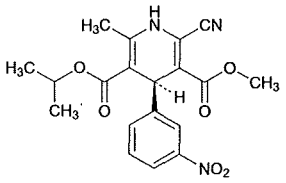
36 **定量法** 本品約0.2gを精密に量り，水に溶かして正確に
37 200mLとする．この液5mLを正確にケルダールフラスコに
38 とり，窒素定量法 〈*1.08*〉 により試験を行う．

39 0.005mol/L硫酸1mL＝0.3003mg CH_4N_2O

40 **貯法** 容器 密閉容器．

ニルバジピン

Nilvadipine



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37

3-Methyl 5-(1-methylethyl)(4*RS*)-2-cyano-6-methyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*75530-68-6*]

本品は定量するとき，ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

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

本品のアセトニトリル溶液(1→20)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニルバジピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

融点〈*2.60*〉　167～171℃

純度試験

（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)．

（2）　類縁物質　本品20mgをアセトニトリル20mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液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，個々の類縁物質は0.3%以下である．また，それらの合計は0.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH7.4のリン酸塩緩衝液／メタノール／アセトニトリル混液(32：27：18)

流量：ニルバジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニルバジピンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを量り，アセトニトリルを加えて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，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液5μLから得たニルバジピンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニルバジピンのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3300段以上，1.3以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10mLとする．この液5μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(1g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びニルバジピン標準品約25mg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25mLとする．この液10mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液20mLを正確に加えた後，水20mL及びメタノールを加えて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ニルバジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム2.5gを水1000mLに溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液10mLを加えた後，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH7.0に調整する．この液にアセトニトリル900mLを加えて混和する．

流量：ニルバジピンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液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

対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.

貯法　容器　密閉容器.

ニルバジピン錠

Nilvadipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37)を含む．

製法　本品は「ニルバジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニルバジピン」1mgに対応する量をとり，エタノール(99.5)100mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長239～243nmに吸収の極大を示し，371～381nmに幅広い吸収を有する極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，1mL中にニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)約0.2mgを含む液となるようにアセトニトリル／水混液(7：3)V mLを加える．更に内標準溶液を正確にV mL加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させる．この液を10分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加えた後，アセトニトリル／水混液(7：3)を加えて50mLとし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　アセナフテンのアセトニトリル溶液(1→500)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20mL以上をとり，孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，次のろ液10mLを正確に量り，メタノール1mLを正確に加え，試料溶液とする．別に本品の表示量の10倍に対応する量のニルバジピン標準品を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液5mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mLとする．更にこの液1mLを正確に量り，水10mLを正確に加え，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，ニルバジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 9$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の表示量(mg)

試験条件
　検出器：紫外吸光光度計(測定波長：242nm)
　カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
　カラム温度：25℃付近の一定温度
　移動相：pH7.4のリン酸塩緩衝液／メタノール／アセトニトリル混液(7：7：6)
　流量：ニルバジピンの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
　システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，1.5以下である．
　システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)約5mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)10mLを加え，更に内標準溶液25mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後，アセトニトリル／水混液(7：3)を加えて50mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約20mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に20mLとする．この液5mLを正確に量り，内標準溶液25mLを正確に加え，更にアセトニトリル／水混液(7：3)を加えて50mLとし，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ニルバジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ニルバジピン($C_{19}H_{19}N_3O_6$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 4$

M_S：ニルバジピン標準品の秤取量(mg)

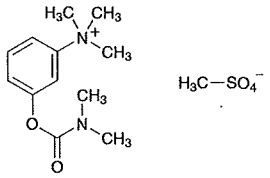
内標準溶液　アセナフテンのアセトニトリル溶液(1→500)
試験条件
　検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
　カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
　カラム温度：25℃付近の一定温度
　移動相：リン酸水素二アンモニウム2.5gを水1000mLに溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液10mLを加えた後，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH7.0に調整する．この液にアセトニトリル900mLを加えて混和する．
　流量：ニルバジピンの保持時間が約12分になるように調整する．
システム適合性
　システムの性能：標準溶液5μLにつき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．
　システムの再現性：標準溶液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

102　　対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差
103　　は1.0%以下である.
104　**貯法**　容器　密閉容器.

ネオスチグミンメチル硫酸塩

Neostigmine Methylsulfate

メチル硫酸ネオスチグミン



$C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39

3-(Dimethylcarbamoyloxy)-*N*,*N*,*N*-trimethylanilinium methyl sulfate

[*51-60-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)98.0～102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000)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ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したネオスチグミンメチル硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

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3.0～5.0である．

融点〈*2.60*〉　145～149℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0gを水10mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩　本品0.20gを水10mLに溶かし，希塩酸1mL及び塩化バリウム試液1mLを加えるとき，液は直ちに変化しない．

（3）　ジメチルアミノフェノール　本品0.10gを水5mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液1mLを加え，氷冷しながらジアゾベンゼンスルホン酸試液1mLを加えるとき，液は呈色しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1g)．

定量法　本品及びネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を乾燥し，その約25mgずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に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*〉により試験を行い，それぞれの液のネオスチグミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸収光光度計(測定波長：259nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12gを水1000mLに溶かし，リン酸を用いてpH3.0に調整する．これに1－ペンタンスルホン酸ナトリウム0.871gを加えて溶かす．この液890mLをとり，アセトニトリル110mLを加える．

流量：ネオスチグミンの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品25mg及びジメチルアミノフェノール4mgを移動相50mLに溶かす．この液10μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジメチルアミノフェノール，ネオスチグミンの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ネオスチグミンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液

Neostigmine Methylsulfate Injection

メチル硫酸ネオスチグミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0～107.0%に対応するネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39)を含む．

製法　本品は「ネオスチグミンメチル硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：5.0～6.5

確認試験

本品の表示量に従い「ネオスチグミンメチル硫酸塩」5mgに対応する容量をとり，必要ならば水を加えて10mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257～261nmに吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈*4.01*〉　5EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品を試料溶液とする．別にネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し，その約25mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50mLとし，標準溶液とする．以下「ネオスチグミンメチル硫酸塩」の定量法を準用する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩($C_{13}H_{22}N_2O_6S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量(mg)

貯法

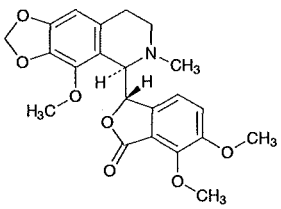
保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

ノスカピン

Noscapine

ナルコチン



$C_{22}H_{23}NO_7$：413.42

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-g]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)-one

[*128-62-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン($C_{22}H_{23}NO_7$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

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

（2）　本品を乾燥し，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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋42～＋48°(乾燥後，0.5g，0.1mol/L塩酸試液，25mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　174～177℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.7gをアセトン20mLに溶かし，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．比較液は0.01mol/L塩酸0.4mLにアセトン20mL，希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.02%以下)．

（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)．

（3）　モルヒネ　本品10mgに水1mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール試液5mLを加え，振り混ぜて溶かし，硝酸カリウム溶液(1→10)2mLを加え，40℃で2分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→5000)1mLを加え，40℃で5分間加温し，冷後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（4）　類縁物質　本品0.7gをアセトン50mLに溶かし，試料溶液とする．この液5mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50mLとする．この液5mL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を用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／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(60：60：9：2)を展開溶媒として約10cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウ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(2g，105℃，4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0.8gを精密に量り，酢酸(100)30mL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3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝41.34mg $C_{22}H_{23}NO_7$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

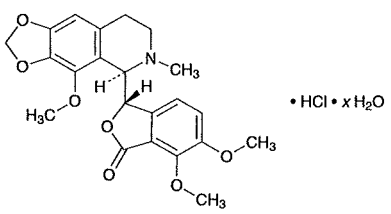
ノスカピン塩酸塩水和物

Noscapine Hydrochloride Hydrate

塩酸ナルコチン

塩酸ノスカピン

ノスカピン塩酸塩



$C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl \cdot xH_2O$

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)-one monohydrochloride Hydrate

[*912-60-7*, 無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン塩酸塩($C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl$：449.88)98.0%以上を含む．

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，無水酢酸又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(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い．

確認試験

（1）　本品1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈し，次に黄褐色に変わる．

（2）　本品1mgにバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液(1→200)1滴を加えるとき，だいだい色を呈する．

（3）　本品0.02gを水1mLに溶かし，酢酸ナトリウム試液3滴を加えるとき，白色の綿状の沈殿を生じる．

（4）　本品1mgを薄めた硫酸(1→35)1mLに溶かし，クロモトロプ酸溶液(1→50)5滴を加えて混和した後，硫酸2mLを滴加するとき，液は紫色を呈する．

（5）　本品0.1gを水10mLに溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水5mLで洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上でほとんど留去した後，エタノール(99.5)1mLを加えて蒸発乾固する．残留物を105℃で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は174～177℃である．

（6）　本品の水溶液(1→50)にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　モルヒネ　本品10mgを水1mLに溶かし，1－ニトロソ－2－ナフトール試液5mL及び硝酸カリウム溶液(1→10)2mLを加え，40℃で2分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液(1→5000)1mLを加え，40℃で5分間加温し，冷後，クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　9.0%以下(0.5g，120℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝44.99mg $C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl$

貯法

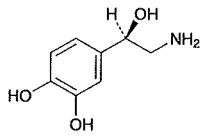
保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ノルアドレナリン

Noradrenaline

ノルエピネフリン



及び鏡像異性体

$C_8H_{11}NO_3$：169.18

4-[(1*RS*)-2-Amino-1-hydroxyethyl]benzene-1,2-diol

[*51-41-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$)98.0%以上を含む．

性状　本品は白色～淡褐色又はわずかに赤みを帯びた褐色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，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．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1）　本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

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

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし，水を加えて100mLとするとき，液は無色澄明である．

（2）　アルテレノン　本品50mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100mLとする．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310nmにおける吸光度は0.1以下である．

（3）　アドレナリン　本品10.0mgを薄めた酢酸(100)(1→2)2.0mLに溶かし，この液1mLを正確に量り，水を加えて10mLとする．この液に亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)0.3mLを混和し，1分間後に観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：アドレナリン酒石酸水素塩標準品2.0mg及びノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品90mgを水に溶かし正確に10mLとし，この液1mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→2)1.0mL及び水を加えて10mLとし，同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，減圧，シリカゲル，18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0.3gを精密に量り，非水滴定用酢酸50mLを加え，必要ならば加温して溶かし，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)．ただし，滴定の終点は液の青紫色が青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行い，補正する．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝16.92mg $C_8H_{11}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容器　気密容器．

ノルアドレナリン注射液

Noradrenaline Injection

塩酸ノルアドレナリン注射液

塩酸ノルエピネフリン注射液

ノルエピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応する*dl*－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$：169.18)を含む．

製法　本品は「ノルアドレナリン」をとり，0.01mol/L塩酸試液に溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となる．

pH：2.3～5.0

確認試験　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」1mgに対応する容量を試験管A及びBにとり，それぞれに水1mLずつを加え，AにpH3.5のフタル酸水素カリウム緩衝液10mLを，BにpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加える．それぞれにヨウ素試液1.0mLずつを加えて5分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液2.0mLずつを加えるとき，Aは無色～微赤色を呈し，Bは濃赤紫色を呈する．

純度試験

（1）　アルテレノン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」10mgに対応する容量をとり，水を加えて正確に20mLとする．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310nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　アドレナリン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」5mgに対応する容量をとり，薄めた酢酸(100)(1→2)1mL及び水を加えて10mLとし，以下「ノルアドレナリン」の純度試験(3)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　300EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品の*dl*－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$)約5mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に25mLとし，試料溶液とする．別にノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品をデシケーター(減圧，シリカゲル)で24時間乾燥し，その約10mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り，それぞれにデンプン試液0.2mLを加え，振り動かしながらヨウ素試液を，液が持続する青色を呈するまで滴加した後，更にヨウ素試液2mLを加えて振り混ぜる．これに，0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加えてpH6.5とし，更にpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLを加えて振り混ぜ，3分間放置する．直ちに，これに液が赤紫色となるまでチオ硫酸ナトリウム試液を滴加した後，水を加えて正確に50mLとする．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液につき，5分以内に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長515nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

dl－ノルアドレナリン($C_8H_{11}NO_3$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 0.502$

M_S：ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品の秤取量(mg)

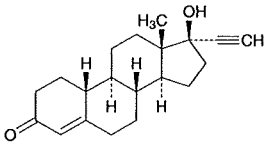
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ノルエチステロン

Norethisterone



$C_{20}H_{26}O_2$：298.42

17-Hydroxy-19-nor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-one

[*68-22-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルエチステロン($C_{20}H_{26}O_2$)97.0～103.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール(95)，アセトン又はテトラヒドロフランにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品2mgに硫酸2mLを加えるとき，液は赤褐色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水10mLを加えるとき，液は黄色で，黄褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品25mgに塩酸ヒドロキシアンモニウム0.05g及び無水酢酸ナトリウム0.05gをメタノール25mLに溶かした液3.5mLを加え，還流冷却器を付け，水浴上で5時間加熱する．冷後，水15mLを加え，生じた沈殿をろ取する．残留物を水1～2mLで洗った後，メタノールから再結晶し，デシケーター(減圧，シリカゲル)で5時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は112～118℃である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－32～－37°(乾燥後，0.25g，アセトン，25mL，100mm)．

融点〈*2.60*〉　203～209℃

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，テトラヒドロフラン40mLに溶かし，硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え，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．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝29.84mg $C_{20}H_{26}O_2$

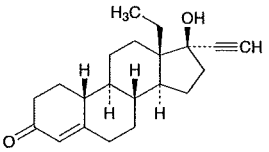
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ノルゲストレル

Norgestrel



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

13-Ethyl-17-hydroxy-18,19-dinor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-one

[*6533-00-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)98.0%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．

本品はテトラヒドロフラン又はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1mgをエタノール(95)2mLに溶かし，硫酸1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する．

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

融点〈*2.60*〉　206～212℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0gをとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸1mLを加え，以下第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)．

（2）　類縁物質　本品30mgをクロロホルム5mLに溶かし，試料溶液とする．この液1mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に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．次にジクロロメタン／酢酸エチル混液(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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，テトラヒドロフラン40mLに溶かし，硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え，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．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL＝31.25mg $C_{21}H_{28}O_2$

貯法　容器　密閉容器．

ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠

Norgestrel and Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0～110.0%に対応するノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$：312.45)及びエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$：296.40)を含む．

製法 本品は「ノルゲストレル」及び「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ノルゲストレル」10mgに対応する量をとり，クロロホルム10mLを加えて10分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液2mLをとり，水酸化ナトリウム試液6mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．クロロホルム層1mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物をエタノール(95)2mLに溶かし，硫酸1mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する(ノルゲストレル)．

（2） (1)で得たろ液1mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物にホウ酸・メタノール緩衝液1mLを加えて振り混ぜた後，氷冷する．この液に氷冷したジアゾ試液1mLを加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤だいだい色を呈する(エチニルエストラジオール)．

（3） (1)で得たろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品10mg及びエチニルエストラジオール標準品1mgをそれぞれクロロホルム10mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．これらの液につき，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調製した薄層板にスポットする．次に1,2－ジクロロエタン／メタノール／水混液(368：32：1)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*p*－トルエンスルホン酸一水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を均等に噴霧し，100℃で5分間加熱した後，紫外線(主波長365nm)を照射するとき，試料溶液から得た2個のスポットは，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と色調及びR_f値が等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたメタノール(7→10)2mLを加え，内標準溶液2mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品及びエチニルエストラジオール標準品の表示量の100倍量を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に200mL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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μL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．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)
$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/100$
エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の量(mg)
$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/100$

M_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量(mg)
M_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 ジフェニルの薄めたメタノール(7→10)溶液(1→50000)
試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
定量法のシステム適合性を準用する．

溶出性〈6.10〉 試験液に水900mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品中のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールの45分間の溶出率はそれぞれ70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液50mL以上をとり，孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10mLを除き，ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)約17μg及びエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)約1.7μgに対応する容量の次のろ液VmLを正確に量り，カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル0.36gを内径約1cmのクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れる．次に水15mLでカラムを洗い，メタノール3mLで溶出し，溶出液を約40℃の水浴中で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物に薄めたメタノール(7→10)2mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約25mg及びエチニルエストラジオール標準品約2.5mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に100mLとする．この液3mLを正確に量り，薄めたメタノール(7→10)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50μL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，試料溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積A_{Ta}及びA_{Tb}並びに標準溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積A_{Sa}及びA_{Sb}を測定する．

ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_{Sa} \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 1/V \times 1/C_a \times 54$
エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_{Sb} \times A_{Tb} / A_{Sb} \times 1/V \times 1/C_b \times 54$

M_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量(mg)
M_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)
C_a：1錠中のノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量(mg)
C_b：1錠中のエチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)約1mgに対応する量を精密に量り，薄めたメタノール(7→10)4mLを加え，内標準溶液4mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，この液を遠心分離する．上澄液を孔径0.2μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約50mg及びエチニルエストラジオール標準品約5mgを精密に量り，薄めたメタノール(7→10)に溶かし，正確に200mLとする．この液4mLを正確に量り，内標準溶液4mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20μL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，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

ノルゲストレル($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)
$= M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/50$
エチニルエストラジオール($C_{20}H_{24}O_2$)の量(mg)
$= M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/50$

M_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量(mg)
M_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール(7→10)溶液(1→50000)

試験条件

検出器：ノルゲストレル　紫外吸光光度計(測定波長：241nm)
エチニルエストラジオール　蛍光光度計(励起波長：281nm，蛍光波長：305nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液(11：9)

流量：ノルゲストレルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20μLにつき，上記の条件で操作するとき，エチニルエストラジオール，ノルゲストレル，内標準物質の順に溶出し，ノルゲストレルと内標準物質の分離度は8以上である．

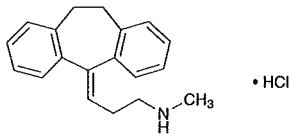
システムの再現性：標準溶液20μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエチニルエストラジオール及びノルゲストレルのピーク面積の比の相対標準偏差はいずれも1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ノルトリプチリン塩酸塩

Nortriptyline Hydrochloride

塩酸ノルトリプチリン



$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$: 299.84

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride

[*894-71-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルトリプチリン塩酸塩($C_{19}H_{21}N \cdot HCl$)98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは約5.5である．

融点：215～220℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100)5mLに臭素試液1mLを加えるとき，試液の色は消える．

（2）　本品の水溶液(1→100)5mLにキンヒドロンのメタノール溶液(1→40)1～2滴を加えるとき，液は徐々に赤色を呈する．

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

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

（5）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10gを水10mLに溶かすとき，液は無色～ごくうすい黄色澄明である．

（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)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本品0.50gをとり，クロロホルム20mLに溶かし，試料溶液とする．この液2mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に100mLとする．この液5mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に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4μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン／メタノール／ジエチルアミン混液(8：1：1)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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，2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，酢酸(100)5mLに溶かし，無水酢酸50mL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＝29.98mg $C_{19}H_{21}N \cdot HCl$

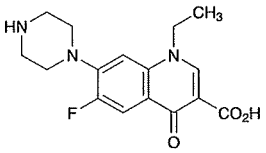
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ノルフロキサシン

Norfloxacin



$C_{16}H_{18}FN_3O_3$：319.33

1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-
1,4-dihydroquinoline-3-carboxylic acid

[*70458-96-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルフロキサシン($C_{16}H_{18}FN_3O_3$)99.0%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(99.5)又はアセトンに溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01gを水酸化ナトリウム溶液(1→250)に溶かし，100mLとする．この液5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→250)を加えて100mLにした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品をアセトンに溶かした後，減圧下でアセトンを蒸発し，残留物を乾燥する．乾燥した残留物につき，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数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0gを0.5mol/L水酸化ナトリウム試液7mL及び水23mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，薄めた塩酸(1→3)を赤色が消えるまで徐々に加え，希塩酸0.5mLを加えた後，30分間氷冷する．次にガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を水10mLで洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸1mL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0.005mol/L硫酸0.50mLに0.5mol/L水酸化ナトリウム試液7mL，フェノールフタレイン試液1滴を加え，薄めた塩酸(1→3)を赤色が消えるまで加え，希塩酸1.5mL，ブロモフェノールブルー試液1～2滴及び水を加えて50mLとする(0.024%以下)．

（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3.0mLを加える(15ppm以下)．

（3）　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)．

（4）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品0.10gをメタノール／アセトン混液(1：1)50mL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／アセトン混液(1：1)を加えて正確に100mLとする．この液2mLを正確に量り，メタノール／アセトン混液(1：1)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20μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5～7μm，蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／クロロホルム／トルエン／ジエチルアミン／水混液(20：20：10：7：4)を展開溶媒として約9cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254nm及び366nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1g，105℃，2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，酢酸(100)50mL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．

0.1mol/L過塩素酸1mL＝31.93mg $C_{16}H_{18}FN_3O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．